Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

184. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 22 TEXTABBILDUNGEN

(ABGESCHLOSSEN AM 29. NOVEMBER 1961)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1961

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München. J. F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials zur Ermöglichung rascher Veröffentlichung zwanglos in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind. Der Autor verpflichtet sich, sie auch nachträglich nicht an anderer Stelle zu publizieren. Mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag geht das Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder einschließlich des Rechts der fotomechanischen Wiedergabe oder einer sonstigen Vervielfältigung an den Verlag über. Jedoch wird gewerblichen Unternehmen für den innerbetrieblichen Gebrauch nach Maßgabe des zwischen dem Börsenverein des Deutschen Buchhandels e. V. und dem Bundesverband der Deutschen Industrie abgeschlossenen Rahmenabkommens die Anfertigung einer fotomechanischen Vervielfältigung gestattet. Wenn für diese Zeitschrift kein Pauschalabkommen mit dem Verlag vereinbart worden ist, ist eine Wertmarke im Betrage von DM 0,30 pro Seite zu verwenden. *Der Verlag läßt diese Beträge den Autorenverbänden zufließen.*

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg 1, Postfach 3027
Fernsprecher 27901; Fernschreibnummer 04-61723
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301; Fernschreibnummer 01-83319

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 184 — **Inhaltsverzeichnis** — (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Giebler, G., Vergleichende Untersuchungen der zur Bestimmung von Aluminiumionen im Wasser gebräuchlichen Methoden. Mit 1 Textabbildung 401

Yamaguchi, S., Notiz über die Elektronenbeugungsanalyse von Festkörpern. Mit 4 Textabbildungen 412

Neeb, K. H., Über flammenphotometrische Untersuchungen der Abhängigkeit der Emission einiger Elemente vom Zusatz organischer Lösungsmittel. Mit 12 Textabbildungen 414

Sassenberg, W., und K. Wrabetz, o-Phthalsäure-di-(3,3,5-trimethylcyclohexyl)-ester als stationäre Phase für die Gaschromatographie von Phenolderivaten. Mit 2 Textabbildungen 423

Buck, M., Eine Methode zur raschen photometrischen oder titrimetrischen Gesamtschwefelbestimmung in biologischem Material. Mit 1 Textabbildung 427

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem Bundesgesundheitsamt, Außenstelle Düsseldorf

Vergleichende Untersuchungen der zur Bestimmung von Aluminiumionen im Wasser gebräuchlichen Methoden

Von
GERHARD GIEBLER

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 23. März 1961)

Aluminium ist in gelöster Form in natürlichen Wässern im allgemeinen nur in geringer Menge vorhanden; jedoch können nach der Behandlung eines Wassers mit aluminiumhaltigen Flockungsmitteln gegebenenfalls höhere Konzentrationen auftreten.

Die Bestimmung löslicher Aluminiumverbindungen im Wasser, auch der voluminösen Aluminiumoxidhydrate, ist zur Kontrolle der Aufbereitung, insbesondere des Flockungsvorgangs, von Bedeutung. Die verhältnismäßig große Menge corpusculären Aluminiumoxidhydrats, die sich im Schlamm eines Absetzbeckens sammelt oder sich auf einem Filter abscheidet, läßt sich meistens gewichtsanalytisch gut erfassen, während die in geringer Konzentration im Wasser enthaltenen löslichen Aluminiumverbindungen besser colorimetrisch ermittelt werden. Diese Methoden sind empfindlicher und erfordern einen geringeren Arbeits- und Zeitaufwand. Sie bedienen sich eines Photometers zur Messung der Extinktion oder in Ermangelung eines derartigen Geräts einer Reihe gleichartiger Hehner-Zylinder zum visuellen Farbvergleich gleichhoher Flüssigkeitsschichten.

Zur Bestimmung von Aluminiumionen im Wasser ist eine ganze Reihe colorimetrischer Methoden bekannt, von denen jede ihre besonderen Mängel aufweist; einige sind umständlich, andere nicht genügend spezifisch, so daß sich bisher noch keine allgemein anzuwendende Methode herausgebildet hat. Um diesem Mangel zu begegnen und um eine einheitliche Methode für die Untersuchung von Wasser vorschlagen zu können, prüften wir die folgenden bisher gebräuchlichen Reagentien auf ihre Eignung für den vorliegenden Zweck: Hämatoxylin, Eriochromcyanin, Alizarin und Aluminon.

1. Hämatoxylin

Hämatoxylin bildet mit Aluminiumionen einen Farblack, dessen Farbton sich mit steigender Konzentration der Aluminiumionen von Gelb über Bräunlich und Weinrot nach Violett ändert[8].

Einige andere Ionen beeinträchtigen die Ausbildung des Aluminiumfarblacks oder verändern seine Farbe; der störende Einfluß von Eisenionen kann durch Maskierung mit Kaliumcyanid[6], der von Magnesium- *oder* Fluorionen durch passende p_H-Einstellung behoben werden[6,15]. Bei gleichzeitigem Vorhandensein von Fluoriden *und* Magnesium-Ionen müssen jedoch die Fluoride durch Abrauchen mit konz. Schwefelsäure als Fluorwasserstoff aus dem Untersuchungswasser vertrieben werden.

Wir fanden bei der Nachprüfung der Hämatoxylinmethode, daß außer den angegebenen auch Calcium- und Manganionen die Aluminiumfärbung reduzieren. Die Beeinträchtigung durch Zugabe dieser Ionen in einer der Probe entsprechenden Menge zur Vergleichslösung zu kompensieren, ist nicht möglich, weil der Farbton des Aluminiumlacks dann auf Gelb zurückgeht und weil Unterschiede in diesem Farbgebiet mit Sicherheit nicht mehr erkennbar sind. Calcium müßte also, falls ein geeignetes Maskierungsmittel nicht gefunden wird, ebenso wie Mangan als Carbonat ausgefällt werden.

Ein weiterer großer Mangel der Hämatoxylinmethode ist die laufende Änderung der Farbintensität des gebildeten Farblacks; sie macht die genaue Einhaltung der Zeitdauer bis zur Messung erforderlich und läßt praktisch nur den visuellen Vergleich der zu untersuchenden mit einer gleichzeitig angesetzten Testlösung zu. Die Veränderlichkeit der Farbintensität und der von der Aluminiumionenkonzentration abhängige Farbwechsel schließen die photometrische Messung praktisch aus. Die Hämatoxylinmethode ist also zur Bestimmung der Aluminiumionen im Wasser nur bedingt geeignet.

2. Eriochromcyanin-R

Dieses Reagens gibt mit Aluminiumionen in neutraler und in saurer Lösung einen violetten Farblack (EEGRIWE[4]), der sich am besten bei etwa p_H 6 bildet[1]. Die Zeit bis zum Entstehen einer definitiven Endfärbung kann wesentlich abgekürzt werden, wenn man das Eriochromcyanin der Aluminiumlösung zunächst in saurem Medium (p_H 2,5) zufügt und dann erst auf p_H 6 abpuffert[13,20]. Die Menge Eriochromcyanin sollte der vorhandenen Aluminiummenge angepaßt werden[9].

Von den nach RICHTER[17] störenden Stoffen (Fe^{III}, Mn^{IV}, Mg, Ca, F^-, PO_4^{3-}, organische Substanzen) können die höherwertigen Ionen des Eisens und Mangans nach MAYR u. GEBAUER[11] durch Thioglykolsäure reduziert und unschädlich gemacht werden; die übrigen Stoffe müssen vor der Aluminiumbestimmung entfernt werden. Dies kann für Mg, Ca und PO_4^{3-} durch Fällung mit Lithiumchlorid in heißer alkalischer Lösung geschehen[1], Fluoride und organische Substanzen werden durch Abrauchen mit konz. Schwefelsäure beseitigt.

Nach THALER u. MÜHLBERGER[19] wird der p_H-Wert der zu prüfenden sauren Lösung sofort auf 6,0 abgepuffert, dann wird eine Wartezeit von 45 min eingeschaltet, in der sich die Eigenfärbung des überschüssigen Farbstoffs vollständig aufhellt. Die Messung erfolgt photometrisch bei 531 nm oder durch Farbvergleich mit einer Reihe von Testlösungen bekannter Aluminiumkonzentration.

Wir prüften die Eriochromcyaninmethode in Anlehnung an die Arbeitsweise von THALER u. MÜHLBERGER, indem wir zu dest. Wasser, zu Koblenzer Leitungswasser und zu Rheinwasser verschiedene Mengen Aluminiumionen und außerdem die in natürlichen Wässern hauptsächlich enthaltenen Ionen in solchen Mengen hinzusetzten, daß ihre Konzentration in den drei Probewässern annähernd die gleiche war (die Metallionen wurden in Form ihrer Chloride, die Anionen in Form der Natriumsalze zugefügt).

Die Prüfwässer [Prüfwasser aus dest. Wasser (A), Prüfwasser aus Koblenzer Leitungswasser (B) und Prüfwasser aus Rheinwasser (C)] enthielten also folgende Ionenmengen (in mg/l): 143 Ca^{2+}, 121 Mg^{2+}, 2,0 Fe^{3+}, 2,0 Mn^{2+}, 250 SO_4^{2-}, 20 NO_3^-, 1 NO_2^-, 1 PO_4^{3-}, 10 SiO_2, 0,25 F^-, 0,7—0,9 NH_4^+, 711—864 Cl^- und größere Mengen Na^+.

Die Proben dieser Wässer wurden zur Eliminierung der durch Eisen- und Manganionen verursachten Störung mit Thioglykolsäure und nach Einstellen des p_H-Wertes auf 2,5 mit Eriochromcyanin-R-Lösung versetzt. Dann wurde der p_H-Wert mit Pufferlösung auf 6,0 erhöht und nach 15 min die Extinktion der Lösung in einer 2 cm-Küvette bei 530 nm gemessen.

Tabelle 1

hinzugefügt mg Al^{3+}/l	gefunden mg Al^{3+}/l bei Anwesenheit von 0,25 mg F^-/l	Differenz mg Al^{3+}/l
0,00	— 0,03	— 0,03
0,10	— 0,08	— 0,02
0,20	— 0,16	— 0,04
0,30	— 0,25	— 0,05
0,40	— 0,31	— 0,09
0,50	— 0,40	— 0,10

Wegen der besonderen Störung, die im allgemeinen die Anwesenheit von Fluorionen auf die Aluminiumbestimmung auszuüben pflegt, wurde der Einfluß dieser Ionen im reinen dest. Wasser (ohne Salzsäure) geprüft. Es ergab sich, daß 0,25 mg F^-/l bei steigendem Aluminiumgehalt in folgendem Maße die Farblackbildung vermindern (Tab. 1).

Anschließend wurden die Prüfwässer sowohl ohne als auch mit Fluoridzusatz untersucht. In Anbetracht der Eigenfärbung des Rheinwassers, die durch die Zusätze bei der Untersuchung auf die Hälfte vermindert wird, wurde in die Vergleichsküvette mit gleichen Zusätzen (ohne Eriochromcyanin) auf 1:1 verdünntes Rheinwasser eingefüllt.

In den mit Salzen versetzten Probewässern wurden von den hinzugefügten Aluminiumionen die in Tab. 2 angegebenen Mengen wiedergefunden.

Tabelle 2

hinzugefügt mg Al^{3+}/l	gefunden mg Al^{3+}/l					
	im Prüfwasser A Fluoridzusatz		im Prüfwasser B Fluoridzusatz		im Prüfwasser C Fluoridzusatz	
	0 mg/l	0,25 mg/l	0 mg/l	0,25 mg/l	0 mg/l	0,25 mg/l
0,00	0,05	0,06	0,05	0,06	0,02	0,03
0,10	0,10	0,095	0,085	0,08	0,115	0,11
0,20	0,19	0,195	0,18	0,17	0,18	0,18
0,30	0,275	0,28	0,255	0,25	0,27	0,27
0,40	0,385	0,395	0,325	0,335	0,34	0,37
0,50	0,48	0,46	0,405	0,41	0,41	0,445

Wie man aus Tab. 2 ersieht, ist die Übereinstimmung der hinzugefügten mit der wiedergefundenen Aluminiummenge nur im Prüfwasser A (aus dest. Wasser) zufriedenstellend, während sich in den Prüfwässern B und C (aus Koblenzer Leitungswasser und Rheinwasser) durch weitere, nicht berücksichtigte Störsubstanzen erhebliche Fehler ergeben.

3. Alizarin S

Alizarin S bildet mit Aluminiumionen nach ATACK[2] einen gelben bis roten Farblack, dessen Farbintensität außer von der Aluminium- auch von der Wasserstoffionenkonzentration abhängt. Man arbeitet nach MUSSAKIN[14] am besten bei p_H 3,6; PARKER u. GODDARD[16] ziehen in Anwesenheit von Ca-Ionen p_H 4,55 vor. Wegen der Eigenfarbe des überschüssigen Alizarins verlaufen die Eichkurven bei wechselndem Reagensüberschuß nicht linear[14].

Calciumionen vertiefen die Farbe des Aluminiumlacks[16], Eisen, Mangan, Fluorid, Phosphat, organische Substanzen stören. Eisen, teilweise auch Mangan können durch Fällen der Kupferronate aus stark saurer Lösung und Ausschütteln mit Chloroform[12], Eisen allein auch durch Zugabe von Rhodanid und Ausschütteln mit Amylalkohol[14] aus der Lösung entfernt werden. Auch die Maskierung der Metallionen mit Citronensäure[2] oder mit Kaliumcyanid[5] wird empfohlen. Zur Reduktion der höherwertigen Metallionen dienen Zusätze von Thiosulfat[5] oder Thioglykolsäure[17]. Die Störungen durch Fluoride und Phosphate umgehen THALER u. MÜHLBERGER[19], indem sie nach der Extraktion der Schwermetallkupferronate das Aluminium bei p_H 4,8 durch erneuten Zusatz frischer Kupferronlösung fällen und den Niederschlag durch dreimalige Chloroformzugabe quantitativ ausschütteln. Die organische Lösung wird eingedampft, das Kupferronat verascht, das Aluminium in

Säure gelöst und colorimetriert. Fluoride und organische Substanzen können auch auf bekannte Weise durch Abrauchen mit konz. Schwefelsäure, Phosphate durch Adsorption an Metazinnsäure aus der Untersuchungslösung entfernt werden.

Die von ZIMMERMANN[23] angegebene Arbeitsweise führt nach unserer Prüfung nicht zu einwandfreien Aluminiumwerten. Wegen der Abhängigkeit der Farbintensität von der Wasserstoffionenkonzentration muß ein definierter p_H-Wert der Meßlösung eingestellt werden; wegen des farbvertiefenden Einflusses der Calciumionen und wegen der Farbminderung bei Gegenwart von Fluoriden müssen diese Ionen berücksichtigt werden, ferner müssen die Störungen durch farblackbildende Schwermetallionen, wie z. B. Eisen und Mangan, vermieden werden. Die zu diesem Zweck von ZIMMERMANN[23] angeführte Chloroform-Extraktion der zuvor gebildeten Kupferronate bleibt unzureichend, wenn nicht wegen der leichten Zersetzlichkeit jeweils eine *frisch* bereitete Kupferron-Chloroformlösung verwendet wird; außerdem sollte der p_H-Wert der zu extrahierenden Lösung auf 0,4[19] erniedrigt und die Einwirkungsdauer von Kupferron auf 3—4 min[19] bemessen werden.

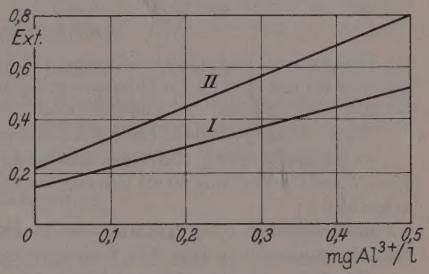

Abb. 1. Einfluß von Calciumionen auf die Extinktion der Aluminium-Alizarinfärbungen. Kurve *I* kein Ca. Kurve *II* 20 DG Calciumhärte

Tabelle 3

hinzugefügt mg Al^{3+}/l	gefunden mg Al^{3+}/l bei Gegenwart von 142,94 mg Ca^{2+}/l und Fluoridzusatz		
	0,1 mg F^-/l	0,2 mg F^-/l	0,3 mg F^-/l
0,00	0,05	0,05	0,05
0,10	0,10	0,10	0,10
0,20	0,20	0,195	0,195
0,30	0,295	0,285	0,28
0,50	0,485	0,455	0,435

Unsere Untersuchungen bestätigen, daß die Calciumionen die Extinktion der Aluminium-Alizarinfärbungen verstärken und dadurch die Empfindlichkeit der Aluminiumbestimmung erhöhen. Die Größe des Calciumeinflusses ist in Abb. 1 veranschaulicht. Kurve I zeigt die Extinktionswerte in Ca-freier Lösung, Kurve II in dest. Wasser, dem Calciumionen in einer Konzentration von 20 DG Calciumhärte beigemischt wurden.

Die Störung durch Fluoridionen in Gegenwart von Calciumionen der vorstehend angegebenen Konzentration ist aus Tab. 3 ersichtlich.

Fluoride vermindern demnach mit steigender Fluor- und Aluminiumionenkonzentration in zunehmendem Maße die Aluminiumfärbung.

Unter Berücksichtigung der in natürlichen Wässern vorhandenen, die Aluminium-Alizarin-Färbung beeinflussenden Inhaltsstoffe und bei Vermeidung einer Extraktion empfehlen wir, bei Ausführung der Alizarinmethode die zu untersuchende Lösung auf eine Calciumionenkonzentration von 71,47 mg/l (10 DG Calciumhärte) einzustellen, Fluoridionen in Konzentrationen >0,5 mg/l (im Untersuchungswasser) und organische Stoffe mit konz. Schwefelsäure abzurauchen. Bei Anwesenheit von Fluoridionen in Konzentrationen von 0,1—0,5 mg/l — neben Aluminiumionen >0,2 mg/l — werden die ersten ihrem Gehalt im Untersuchungswasser entsprechend bei photometrischer Messung der Eichlösung, bei visuellem Farbvergleich den Vergleichslösungen zugesetzt.

Arbeitsvorschrift

Reagentien. *Calciumchloridlösung.* 178,5 mg $CaCO_3$ p.a. (gefällt und Ätzkalkfrei) werden mit 36 ml 0,1 n Salzsäure gelöst und auf 100 ml aufgefüllt; die Lösung enthält 0,7147 mg Ca^{2+}/ml (entsprechend 1 mg CaO).

1%ige Thioglykolsäure. Täglich frisch anzusetzen.

Pufferlösung. 232 g Natriumacetat ($CH_3 \cdot COONa \cdot 3H_2O$) werden in 500 ml dest. Wasser gelöst, mit 60 ml Eisessig versetzt und mit dest. Wasser auf 1000 ml aufgefüllt.

Alizarinlösung. 0,1 g Alizarin wird in 100 ml dest. Wasser gelöst, dem 1 Tr. Eisessig zugemischt wurde. Die Lösung ist eine Woche haltbar.

Aluminium-Vergleichslösung. 1,000 g Reinst-Aluminium wird in 20 ml Salzsäure (D 1,09) gelöst und auf 1000 ml aufgefüllt. 10 ml dieser Lösung werden auf 1000 ml verdünnt; 1 ml enthält 0,01 mg Al^{3+}.

Ausführung. Nach Beseitigung der Störsubstanzen werden 50 ml der Probe in einem 100 ml-Meßkolben unter Umschwenken mit Calciumchloridlösung versetzt, und zwar in einer Menge, daß die Calciumionenkonzentration (einschließlich der im Untersuchungswasser vorhandenen) in dem später auf 100 ml aufzufüllenden Meßvolumen 71,47 mg/l (oder 10 DG Calciumhärte) beträgt. — Enthält das Untersuchungswasser schon >142,94 mg Ca^{2+}/l (oder >20 DG), muß es vorher entsprechend verdünnt werden. Anschließend werden nacheinander 2 ml Thioglykolsäure, 10 ml Pufferlösung und 2 ml Alizarinlösung zugegeben.

Mit dest. Wasser wird auf 100 ml aufgefüllt. Der p_H-Wert soll 4,6 sein. Nach 30 min wird die Extinktion der Lösung bei 490 nm und 20° C ± 1° gemessen. Die Farbintensität des Aluminiumlacks bleibt über mehrere Stunden konstant. Die Eichkurven werden für jede neu angesetzte Alizarinlösung auf gleichem Wege unter Verwendung der Aluminium-Vergleichslösung aufgestellt. Die Farbe kann auch in Hehner-Zylindern mit Lösungen bekannten Aluminiumgehalts, die unter gleichen Bedingungen hergestellt sind, verglichen werden.

In der angegebenen Weise können bis 0,5 mg Al^{3+}/l bestimmt werden. Die Empfindlichkeit beträgt bei photometrischer Messung 0,02 mg Al^{3+}/l, bei visuellem Farbvergleich 0,05 mg Al^{3+}/l.

Wir prüften die Methode an den auf S. 403 angegebenen Prüfwässern A, B und C. Das Vergleichswasser (dest. Wasser) wurde mit den der Untersuchungslösung entsprechenden Mengen an Calcium- und Fluoridionen versetzt.

Von der hinzugefügten Menge der Aluminiumionen wurden die in Tab. 4 zusammengestellten Mengen gefunden.

Tabelle 4

hinzugefügt mg Al^{3+}/l	gefunden mg Al^{3+}/l					
	im Prüfwasser A Fluoridzusatz		im Prüfwasser B Fluoridzusatz		im Prüfwasser C Fluoridzusatz	
	0 mg F^-/l	0,25 mg F^-/l	0 mg F^-/l	0,25 mg F^-/l	0 mg F^-/l	0,25 mg F^-/l
0,00	0,015	0,02	0,01	0,015	0,02	0,02
0,10	0,11	0,115	0,095	0,11	0,10	0,11
0,20	0,21	0,21	0,195	0,20	0,185	0,185
0,30	0,31	0,31	0,275	0,265	0,275	0,265
0,40	0,40	0,40	0,375	0,40	0,335	0,34
0,50	0,49	0,57	0,475	0,50	0,42	0,415

Die Aluminiumwerte stimmen also im Prüfwasser A (aus dest. Wasser) und im Prüfwasser B (aus Koblenzer Leitungswasser) hinreichend genau überein, dagegen weichen sie im Prüfwasser C (aus Rheinwasser) mit steigendem Aluminiumgehalt von den Testwerten ab.

4. Aluminon

Dieses Reagens bildet nach Hammett u. Sotter[7] mit Aluminiumionen einen roten Farblack, den bereits Lundell u. Knowles[10] zur Bestimmung des Aluminiums im Wasser heranzogen.

Yoe u. Hill[22] entwickeln den Farblack im sauren Milieu, machen die Lösung aber vor der Farbmessung ammoniakalisch. Winter, Thurn u. Bird[21] arbeiten bei p_H 4,5, beschleunigen die Reaktion durch Erhitzen der Probe auf 80°C und entfärben den Aluminonüberschuß durch Zugabe von Ammoniumcarbonat und durch Erhöhung des p_H-Wertes auf 7,4. Dagegen halten Craft u. Makepeace[3] den p_H-Wert sowohl zur Farbentwicklung als auch bei der Farbmessung konstant auf 5,3, während Shull[18] hierfür einen p_H-Bereich von 3,8—4,0 bevorzugt.

Störungen durch Eisen(III)-ionen beseitigt man durch Reduktion mit Thioglykolsäure[11]. Nach unseren Untersuchungen gelingt dies aber nur bis zu einer Konzentration von 1 mg Fe/l. Störendes freies Chlor bindet Shull[18] an Natriumthiosulfat und hydrolisiert Metaphosphat in saurer Lösung zu Orthophosphat, das weniger stört. Die störende Wirkung reduzierender Agentien wird durch Oxydation mit 3%iger Wasserstoffperoxidlösung behoben, organische Stoffe werden mit konz. Schwefelsäure abgeraucht. Farb- oder Trübungsstoffe können durch A-Kohle beseitigt werden. Will man dagegen die gefärbte oder getrübte Probe als Vergleichswasser oder zur Aufstellung der Eichkurve verwenden, so kann man nach Shull[18] die Reaktion der in der Probe vorhandenen Aluminiumionen mit dem zuzusetzenden Aluminon durch Zugabe von Citronensäure verhindern.

Nach unseren Untersuchungen ist der farbmindernde Einfluß der Fluoridionen in der Tab. 5 angegebenen Weise von der Konzentration der Aluminiumionen abhängig.

Tabelle 5

hinzugefügt mg Al^{3+}/l	gefunden mg Al^{3+}/l bei Fluoridzusatz			
	0,1 mg F^-/l	0,25 mg F^-/l	0,5 mg F^-/l	1,0 mg F^-/l
0,00	0,01	0,00	0,00	0,00
0,10	0,10	0,09	0,09	0,085
0,20	0,19	0,20	0,19	0,18
0,30	0,29	0,30	0,29	0,28
0,40	0,39	0,40	0,38	0,38
0,50	0,49	0,50	0,47	0,47

Fluoridionen vermindern demnach auch in verhältnismäßig großen Konzentrationen die Aluminium-Aluminonfärbung nur geringfügig.

Tabelle 6

hinzugefügt mg Al^{3+}/l	gefunden mg Al^{3+}/l bei Gegenwart von 142,94 mg Ca^{2+}/l
0,00	0,00
0,10	0,10
0,20	0,21
0,30	0,31
0,40	0,42
0,50	0,525

Calciumionen in einer Konzentration von 142,94 mg/l (20 DG Calciumhärte) vertiefen in der in Tab. 6 angegebenen Weise mit steigendem Aluminiumgehalt die Färbung.

Der Forderung nach einer möglichst einfachen und doch genügend empfindlichen und genauen Methode zur Bestimmung der Aluminiumionen im Wasser entsprechend, geben wir in Anlehnung an CRAFT u. MAKEPEACE[3] die folgende Arbeitsvorschrift.

Arbeitsvorschrift

Reagentien. *1%ige Thioglykolsäure.* Täglich frisch anzusetzen.

Aluminon-Pufferlösung (3 Tage vor Gebrauch anzusetzen). Man mischt 250 g Ammoniumacetat, in 500 ml dest. Wasser gelöst, mit 40 ml Eisessig; 0,5 g Aluminon, in 25 ml dest. Wasser gelöst, und 2,0 g Benzoesäure, in 10 ml Methanol gelöst. Zu der mit dest. Wasser auf 1000 ml aufgefüllten Lösung gibt man eine Lösung von 5 g Gelatine in 400 ml dest. Wasser von 60° C, die nach dem Abkühlen mit dest. Wasser auf 500 ml aufgefüllt worden ist. Die Mischlösung ist 3 Monate haltbar.

Aluminium-Vergleichslösung. 1,000 g Reinst-Aluminium werden in 20 ml Salzsäure (D 1,09) gelöst und mit dest. Wasser auf 1000 ml aufgefüllt. 10 ml dieser Lösung werden auf 1000 ml verdünnt. 1 ml enthält 0,01 mg Al^{3+}.

Ausführung. Die farblose und klare Wasserprobe soll das Aluminium in Ionenform enthalten. Fluoridionen in einer Konzentration >1 mg/l und organische Stoffe werden durch Abrauchen mit konz. Schwefelsäure beseitigt. Nach Entfernung dieser Störsubstanzen versetzt man 50 ml der annähernd neutralen Probe

in einem 100 ml-Meßkolben mit 2 ml Thioglykolsäure, läßt 2 min stehen und fügt dann 15 ml Aluminon-Pufferlösung zu. Hierauf wird die Probe 15 min in ein kochendes Wasserbad eingestellt, anschließend sofort auf 20° C abgekühlt und mit dest. Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Der p_H-Wert der Meßlösung soll bei 5,3—5,4 liegen.

Die Extinktion der Lösung wird bei 530 nm und 20° C ± 1° gemessen. Die Farbintensität des Aluminiumlacks bleibt 3—4 Std konstant. Die Eichkurve, die für jede neu angesetzte Aluminiumlösung zu ermitteln ist, wird unter Verwendung der Aluminium-Vergleichslösung aufgestellt.

Die Farbe kann auch mit gleichbehandelten Lösungen bekannten Aluminiumgehalts in Hehner-Zylindern verglichen werden.

Fluoridionen $<0{,}3$ mg/l stören die Bestimmung nicht. Enthält die Untersuchungslösung $>0{,}3$ mg bis 1 mg F^-/l und sollen hierin bis 0,5 mg/l Aluminiumionen bestimmt werden, ist die entsprechende Fluoridmenge der Eichlösung bzw. den Vergleichslösungen zuzusetzen. Bei einem Aluminiumgehalt $>0{,}5$ mg/l wird die Untersuchungslösung zweckmäßigerweise entsprechend verdünnt.

Der störende Einfluß der Calciumionen in Konzentrationen von >20 DG Calciumhärte wird durch Verdünnen vermieden.

Eisen(III)-ionen bis 1 mg/l werden vor der Aluminonzugabe durch Thioglykolsäure reduziert. Eisenionen $>1{,}0$ mg/l müssen ungeachtet des Thioglykolsäurezusatzes entsprechend ihrer Konzentration im Untersuchungswasser ebenfalls der Eichlösung bzw. den Vergleichslösungen zugegeben werden.

In der beschriebenen Weise können Aluminiumionen in einer Konzentration bis 0,5 mg/l bestimmt werden. Die Empfindlichkeit dieser Methode beträgt bei photometrischen Messungen und bei Verwendung einer 5 cm-Küvette 0,01 bis 0,02 mg Al^{3+}/l, bei visuellem Farbvergleich (in Hehner-Zylindern) 0,05 mg Al^{3+}/l.

Tabelle 7

hinzugefügt mg Al^{3+}/l	gefunden mg Al^{3+}/l		
	im Prüfwasser A	im Prüfwasser B	im Prüfwasser C
0,00	0,00	0,00	0,01
0,10	0,10	0,10	0,10
0,20	0,205	0,20	0,20
0,30	0,31	0,30	0,30
0,40	0,41	0,40	0,40
0,50	0,52	0,52	0,515

Wir wandten die Methode auf die Prüfwässer A, B und C (S. 403) an. Unter Berücksichtigung des störenden Einflusses, den die in den Prüfwässern enthaltenen 2 mg/l Eisenionen verursachen, wurde den Eich- bzw. Vergleichslösungen neben dem üblichen Thioglykolsäurezusatz die gleiche Menge Eisenionen beigemischt. Zur Untersuchung des Rheinwassers wurde auch in die Vergleichsküvette gleich behandeltes Rheinwasser, ohne Aluminon-Pufferlösung, gefüllt.

In den Prüfwässern wurden von den hinzugefügten Aluminiumionen die in Tab. 7 angegebenen Mengen wiedergefunden.

Wie ersichtlich stimmen die gefundenen Aluminiummengen trotz der verhältnismäßig hohen Salzgehalte der Prüfwässer mit den zugegebenen Aluminiummengen sehr befriedigend überein.

Zusammenfassung

Vier Methoden zur colorimetrischen Bestimmung von Aluminium im Wasser wurden vergleichend überprüft. Auf Grund dieser Untersuchungen können die Methoden kurz folgendermaßen charakterisiert werden:

Die *Hämatoxylinmethode* erfordert bei Gegenwart von Fluoridionen ein alkalisches, bei Vorhandensein von Magnesiumionen ein saures Arbeitsmilieu. Calcium und Mangan müssen ausgefällt, Eisen kann maskiert werden. — Wegen der Veränderlichkeit der Aluminium-Hämatoxylinfärbung ist das genaue Einhalten eines Zeitpunktes erforderlich, an dem die Messungen erfolgen müssen. Aus diesem Grunde ist bei dieser Methode praktisch nur der visuelle Farbvergleich gleichzeitig angesetzter Lösungen möglich. Sie ist für die Bestimmung von Aluminium im Wasser nur bedingt geeignet.

Eriochromcyanin R verlangt zur entscheidenden Abkürzung der Reaktionszeit das Arbeiten zunächst in einem stark sauren, anschließend den Übergang in ein schwach saures p_H-Gebiet. Diese Methode ist für Aluminium zwar empfindlich, aber nicht genügend selektiv. Fluorid-, Magnesium-, Calcium-, Phosphationen und eine Reihe anderer Ionen müssen berücksichtigt werden. Eine dementsprechende umfangreiche Vorbehandlung des Untersuchungswassers macht die Methode für die Wasseruntersuchung zeitraubend und umständlich. Ihre Prüfung an natürlichen Wässern lieferte keine befriedigenden Ergebnisse; sie wurde daher nicht in die engere Wahl gezogen.

Alizarin S ist gegen Störung durch Fluoridionen empfindlich und setzt eine vorherige, umständliche Bestimmung dieser Ionen voraus. Die Störung durch die niederen, im allgemeinen im Bundesgebiet vorkommenden Fluorkonzentrationen kann durch einen der Untersuchungsprobe entsprechenden Fluorzusatz zum Vergleichswasser ausgeglichen werden. Wegen des farbvertiefenden Einflusses der Calciumionen ist die einheitliche Einstellung auf einen bestimmten Calciumgehalt der Meßlösung erforderlich. Eisen- und Mangan können maskiert werden. Die Prüfung der vorgeschlagenen Methode ergab zufriedenstellende Ergebnisse mit dest. Wasser und mit Koblenzer Leitungswasser. Sie kann bei Beachtung der angegebenen Arbeitsweise zur Aluminiumbestimmung im Wasser dienen.

Aluminon ist gegen Störungen durch die im Wasser vorhandenen Inhaltsstoffe ziemlich unempfindlich. Fluorid- und Calciumionen beeinflussen die Aluminiumfärbung erst in für natürliche Wässer verhältnismäßig hohen Konzentrationen. In der Mehrzahl der im Bundesgebiet anfallenden natürlichen Wässer können Störungen, die durch diese Ionen verursacht sind, durch Verdünnung des Untersuchungswassers behoben werden. — Eisen wird maskiert, ein Gehalt von >1 mg/l wird dem Vergleichswasser zugesetzt.

Diese Methode lieferte nach der angegebenen Arbeitsweise mit den drei Prüfwässern gute Ergebnisse.

Der Vergleich der vier zur Bestimmung von Aluminiumionen im Wasser untersuchten Methoden fällt zugunsten der Aluminonmethode aus. Diese ist genügend empfindlich und genau und ist wenig störanfällig. Ihre Arbeitsweise erfordert — wenn man von der Erwärmung der Meßlösung absieht — nur geringen Aufwand und vermeidet eine unsichere und zu Fehlern Anlaß gebende Extraktion.

Auf Grund ihrer Vorzüge haben wir die Aluminonmethode zur colorimetrischen Bestimmung von Aluminium im Wasser zur Aufnahme in die „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasseruntersuchung" vorgeschlagen.

Literatur

[1] Alten, F., H. Weiland u. E. Knippenberg: diese Z. **96**, 91 (1934). — [2] Atack, F. A.: J. Soc. chem. Ind. **34**, 936 (1915); vgl. diese Z. **58**, 363 (1919). — [3] Craft, H., u. R. Makepeace: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **17**, 206 (1945); vgl. diese Z. **128**, 335 (1948). — [4] Eegriwe, E.: diese Z. **76**, 438 (1929). — [5] Gad, G., u. K. Naumann: Gas- u. Wasserfach **80**, 58 (1937); vgl. diese Z. **113**, 145 (1938). — [6] Gad, G., u. K. Naumann: Gas- u. Wasserfach **81**, 164 (1938); vgl. diese Z. **118**, 47 (1939/40). — [7] Hammlett, L. P., u. C. T. Sottéry: J. Amer. chem. Soc. **47**, 142 (1925); vgl. diese Z. **70**, 316 (1927). — [8] Hatfield, W. D.: Ind. Engng. Chem. **16**, 233 (1924); vgl. diese Z. **70**, 156 (1927). — [9] Koch, W.: Arch. Eisenhüttenwes. **12**, 69 (1938/39); vgl. diese Z. **123**, 217 (1942). — [10] Lundell, G. E. F., u. H. B. Knowles: Ind. Engng. Chem. **18**, 60 (1926); vgl. diese Z. **70**, 316 (1927). — [11] Mayr, C., u. A. Gebauer: diese Z. **113**, 189 (1938). — [12] Meunier, P.: C. R. Acad. Sci. **199**, 1250 (1934); vgl. diese Z. **107**, 226 (1936). — [13] Millner, T., u. F. Kúnos: diese Z. **113**, 102 (1938). — [14] Mussakin, A. P.: diese Z. **105**, 351 (1936). — [15] Naumann, E.: Chemiker-Ztg. **57**, 315 (1933); vgl. diese Z. **98**, 449 (1934). — [16] Parker, C. A., u. A. P. Goddard: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **4**, 517 (1950); vgl. diese Z. **135**, 67 (1952). — [17] Richter, F.: diese Z. **126**, 426 (1943). — [18] Shull, K. E.: J. Amer. Water Works Assoc. **52**, 779 (1960). — [19] Thaler, H., u. F. H. Mühlberger: diese Z. **144**, 241 (1955). — [20] Werner, O.: Beih. Z. Ver. dtsch. Chem. **48**, 92 (1944). — Chemie **55**, 364 (1942); vgl. diese Z. **128**, 334 (1948). — [21] Winter, B., E. Thurn u. D. Bird: J. Amer. chem. Soc. **51**, 2721 (1929). — [22] Yoe, J. H., u. W. L. Hill: J. Amer. chem. Soc. **49**, 2395 (1927); vgl. diese Z. **88**, 133 (1932). — [23] Zimmermann, W.: Photometr. Metall- u. Wasseranalysen. Wissenschaftl. Verlagsges. Stuttgart 1954.

Dr. G. Giebler, Bundesgesundheitsamt, Institut für Wasser-, Boden- und Lufthygiene, Düsseldorf, Auf'm Hennekamp 70

Institut für Physik und Chemie, Tokio, Japan

Notiz über die Elektronenbeugungsanalyse von Festkörpern

Von
S. YAMAGUCHI

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 26. Juli 1961)

Auf dem Debye-Scherrer-Bild, das Substanzen mit Schichtgitter[2] bei der Elektronenbeugung liefert, findet man sehr häufig ein charakteristisches Merkmal[3], das auch in Abb. 1 erkannt werden kann.

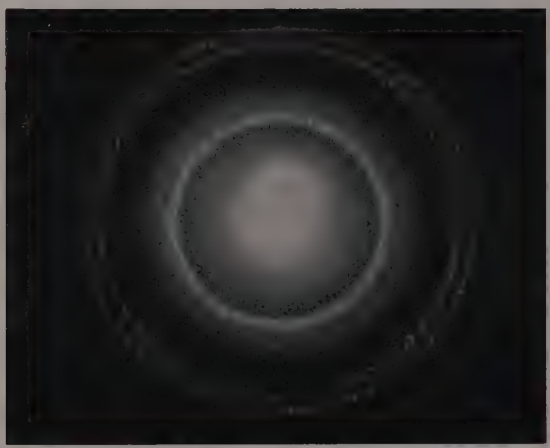

Abb. 1. Elektronenbeugungsbild von Koalinitpulver mit Schichtengitter. Wellenlänge: 0,0298 Å; Kameralänge: 495 mm; Positiv in 4,7facher Vergrößerung

Dieses Bild rührt vom Pulver des Kaolinits, $[Al_2Si_2O_5(OH)_4]$ her, also von einem Material mit typischem Schichtengitter. Man entnimmt dem Bild, daß bestimmte Beugungsringe und zwar die (hk,O)-Reflexe des hexagonalen bzw. monoklinpseudohexagonalen Gitters eine anomale Steilheit der Beugungsintensität aufweisen. Dies ist in Abb. 2 an Hand der Intensitätskurve erläutert. Der betreffende Beugungsring dehnt sich sehr diffus nach der den niedrigeren Netzebenenabständen entsprechenden Richtung aus, während er nach der der höheren Netzebenenabstände deutlich und scharf endet. Diese Erscheinung ist auch physikalisch bzw. kristallographisch verständlich. Findet man dieses Intensitätsmerkmal auf

dem Beugungsbild einer gegebenen Substanz, so schließt man ohne weiteres darauf, daß sie ein Schichtengitter besitzt. Dies dient des öfteren als Schlüssel dazu, Festkörper durch Elektronenbeugung zu identifizieren.

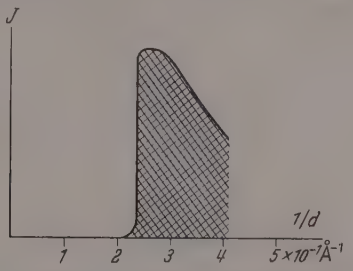

Abb. 2. Intensitätskurve der Abb. 1. Die Intensität (= 4,2—4,3 Å) weist die Steilheit nach dem kleineren Netzebenenabstand (d) auf

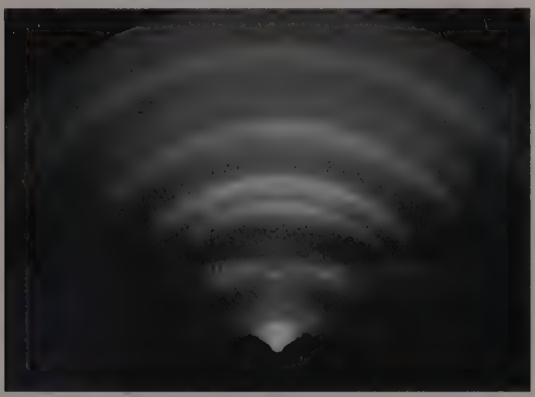

Abb. 3. Elektronenreflexionsbild der Pt-Au-Legierung mit der Verbindung $PtAu_4$ und dem Konzentrationsgefälle. Wellenlänge: 0,0302 Å; Positiv in 2,3facher Vergrößerung

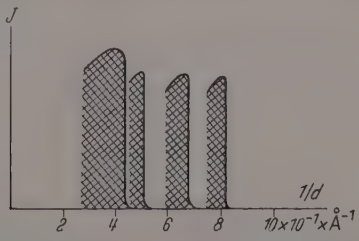

Abb. 4. Intensitätskurve der Abb. 3. Alle Reflexe weisen Intensitätssteilheit nach dem größeren Netzebenenabstand umgekehrt wie Abb. 2 auf

Abb. 3 rührt von einer Legierung (Pt/Au, 50:50 Gew.-%) her. Dieses Bild ist zwar anscheinend ähnlich Abb. 1, insofern es ebenfalls die

charakteristische orientierte Steilheit an den Beugungsringen aufweist. Man sollte die beiden Bilder aber voneinander unterscheiden. Die scharfen Kanten der Beugungsringe in Abb. 3 sind nämlich umgekehrt orientiert wie die der Beugungsringe in Abb. 1, was in Abb. 4 erläutert ist. Darüber hinaus findet die anomale Intensitätssteilheit an *jedem* Beugungsring der Abb. 3 statt, während sie in Abb. 1 nur an bestimmten Ringen, und zwar den (hk,O)-Reflexen erscheint. Die in Frage kommende Intensitätsanomalie in Abb. 3 beruht darauf, daß die Versuchsprobe nicht nur eine metallische intermediäre Verbindung ($PtAu_3$) enthält, sondern auch das beträchtliche Konzentrationsgefälle im Mischkristall aufweist[1].

Zusammenfassung

Man identifiziert die durch das Schichtengitter gekennzeichneten Substanzen, z.B. Halogenide, Hydroxide der 2wertigen Metalle und Tonmineralien, indem man die anomal orientierte Steilheit der Intensität an *bestimmten* Beugungsringen, und zwar an den (hk,O)-Reflexen beobachtet.

Eine Pt-Au-Legierung (50:50 Gew-%), die die intermediäre Verbindung ($PtAu_3$) und das Konzentrationsgefälle im Mischkristall enthält, zeigt abweichend von dem Fall des Schichtengitters die umgekehrt orientierte Intensitätssteilheit an *allen* Beugungsreflexen.

Literatur

[1] Hansen, M.: Constitution of Binary Alloys, S. 227, MacGraw-Hill Inc., USA (1958). — [2] Winkler, H. G. F.: Struktur und Eigenschaften der Kristalle, S. 101, Springer-Verlag 1950. — [3] Yamaguchi, S.: J. appl. Physics **25**, 1437 (1954). — Z. Physik **146**, 447 (1956).

Shigeto Yamaguchi, Institut für Physik und Chemie, 31 Kamifuji (Hongo), Tokio (Japan)

Aus dem Forschungslaboratorium der Siemens-Schuckertwerke AG, Erlangen

Über flammenphotometrische Untersuchungen der Abhängigkeit der Emission einiger Elemente vom Zusatz organischer Lösungsmittel

Von

K. H. Neeb

Mit 12 Textabbildungen

(Eingegangen am 10. August 1961)

Die Steigerung der Flammenemission verschiedener Elemente durch Zusatz brennbarer organischer Lösungsmittel zu den Untersuchungslösungen ist in den vergangenen Jahren Gegenstand zahlreicher Arbeiten

gewesen. Da das Ausmaß der erzielten Intensitätssteigerungen stark von apparativen Gegebenheiten abhängig ist, unterscheiden sich die von verschiedenen Autoren erhaltenen Ergebnisse oft stark voneinander, so daß es nur in seltenen Fällen möglich ist, die durch Zusatz organischer Substanzen erreichbaren Steigerungen der Flammenemission verschiedener Elemente miteinander zu vergleichen. Ein solcher Vergleich unter konstanten apparativen Bedingungen könnte jedoch geeignet sein, die Frage nach den Gründen der Emissionssteigerung von einer neuen Seite zu beleuchten und einer Aufklärung näher zu bringen.

In der vorliegenden Arbeit wird über Untersuchungen zum Emissionsverhalten an Hand von 10 Atomlinien und einem Bandenmaximum bei Zusatz von mit Wasser mischbaren, brennbaren organischen Substanzen zu den Untersuchungslösungen berichtet. Alle Versuche wurden unter streng konstant gehaltenen apparativen Bedingungen vorgenommen, so daß damit die Arbeit einen Beitrag zu der oben angedeuteten Diskussion über die Gründe der durch Zusatz von organischen Substanzen hervorgerufenen Emissionssteigerungen darstellen kann.

Durchführung der Versuche

Alle Messungen wurden mit dem Zeiss-Spektralphotometer PMQ II mit Flammenzusatz vorgenommen. Die Capillare des direktzerstäubenden Brenners hatte eine Länge von 78 mm und einen inneren Durchmesser von 0,6 mm. Die Knallgasflamme wurde mit einem O_2-Druck von 0,3 at und einem H_2-Druck von 215 mm WS betrieben, was Gasströmungsgeschwindigkeiten von 5,0 l $O_2 \cdot min^{-1}$ bzw. 0,65 l $H_2 \cdot min^{-1}$ entspricht. Unter diesen Bedingungen betrug die Zerstäubungsgeschwindigkeit von dest. Wasser bei Zimmertemperatur 2,2 ml $\cdot min^{-1}$.

Die Registrierung der Meßwerte erfolgte durch einen an den Meßteil des Spektralphotometers angeschlossenen Siemens und Halske Multizet-Schreiber. Im allgemeinen wurde das Flammenspektrum in einem Bereich von 20—30 nm auf beiden Seiten der interessierenden Linie aufgenommen, wobei der Wellenlängentrieb des Monochromators mit Hilfe eines kleinen Gleichstrommotors langsam bewegt wurde. Bei den Cu-Linien 324,8 nm und 327,4 nm sowie bei der Mg-Linie 285,2 nm, die in Gebieten mit kompliziertem Flammenuntergrund liegen, wurde dagegen die Emission einer kationenhaltigen Lösung sowie die Untergrundemission einer das betreffende Kation nicht enthaltenden Blindlösung am Ort der interessierenden Linie gemessen. Zur Auswertung gelangte in jedem Falle nur die Nettoemission, d. h. die Differenz zwischen Gesamtemission und Untergrundemission.

Die in den meisten Fällen auftretenden starken Erhöhungen der Linienintensitäten mit zunehmender Konzentration der Untersuchungslösungen an organischer Substanz zwangen zu Veränderungen der Geräteempfindlichkeit innerhalb der einzelnen Meßreihen. Um die Meßwerte einer Reihe trotzdem miteinander vergleichen zu können, wurden die bei verminderter Geräteempfindlichkeit gemessenen Peakhöhen mit einem experimentell ermittelten Faktor multipliziert. Zur Sicherstellung einer guten Meßgenauigkeit wurde bei jeder Veränderung der Geräteempfindlichkeit die gleiche Lösung sowohl bei der höheren als auch bei der niederen Empfindlichkeitsstufe gemessen und durch Vergleich der beiden Peakhöhen die Konstanz des Umrechnungsfaktors überprüft.

Die Konzentrationen der untersuchten Elemente wurden so gewählt, daß ihre Linienintensitäten in rein wäßriger Lösung von gleicher Größenordnung waren, wie die Intensitäten des CaOH-Bandenmaximums bei 554 nm bei einer Ca-Konzentration von 2 μg/ml. Das entsprach bei der verwendeten Spaltbreite von 40 μ und der höchsten Geräteempfindlichkeit Peakhöhen zwischen 6 und 10 mm. Um einen exakten Vergleich der bei verschiedenen Elementen auftretenden Verstärkungseffekte anstellen zu können, wurden zur Auswertung nicht die gemessenen Intensitätswerte, sondern die daraus berechneten Quotienten

$$F = \frac{\text{Intensität in organischer bzw. gemischt wäßriger-organischer Lösung}}{\text{Intensität in rein wäßriger Lösung}}$$

herangezogen, die im folgenden kurz als Emissionsverstärkungswerte F bezeichnet werden.

Die zu den Untersuchungen herangezogenen organischen Lösungsmittel Methanol, Äthanol, i-Propanol, Aceton und Dioxan waren unter den Gesichtspunkten der Wassermischbarkeit und der Brennbarkeit ausgewählt worden. Verwendet wurden wasserfreie Substanzen von p.a.-Qualität, mit Ausnahme von Dioxan, das als „reinst"-Substanz zur Verfügung stand. Eine besondere Reinigung dieser Substanzen wurde nicht vorgenommen, da sich bei Vorproben gezeigt hatte, daß sie keines der untersuchten Elemente in nachweisbaren Mengen enthielten.

Die im Verlauf der Arbeiten untersuchten Elemente, die gemessenen Linien sowie die vorgelegte Konzentration des betreffenden Elementes in der versprühten Lösung sind in Tab. 1 zusammengestellt. Außerdem

Tabelle 1

Element	Linie nm	Konzentration μg/ml	Abbildung	Bisherige Arbeiten
K	766/770	38	1	7,14
	404/407	38	2	
Mg	285,2	25	3	6,8
Ca	422,7	4	4	6,7,14
	554*	2	5	
Sr	460,7	6	6	
Ba	553,6	100	7	5
Cu	324,8	10	8	2,3
	327,4	10	9	
Ag	338,3	10	10	11,13
Ga	417,3	50	11	4

* Bandenmaximum.

sind dort die Abbildungen, in denen die erhaltenen Ergebnisse aufgetragen sind, und die Zitate einiger Arbeiten, die sich mit der Einwirkung organischer Lösungsmittel auf die flammenphotometrische Emission des betreffenden Elementes befassen, angegeben.

Ergebnisse

Trägt man die aus den Meßergebnissen errechneten F-Werte in Abhängigkeit vom Gehalt der Untersuchungslösungen an organischer Substanz (c_{org}) auf, so erhält man in allen Fällen Kurven mit S-förmigem

Verlauf*. Einem steilen Anstieg bei niedrigen Konzentrationswerten steht ein relativ flacher Verlauf im mittleren Abschnitt und wieder ein steiler Anstieg bei hohen c_{org}-Werten gegenüber. Die von einigen Autoren beschriebenen Minima in den F-c_{org}-Kurven (besonders bei Verwendung von Propanol) konnten bei diesen Messungen nicht beobachtet werden; der Grund dafür dürfte — den Ergebnissen von Pungor u. Konkoly Thege[12] nach zu urteilen — in der relativ niedrigen Zerstäubungsgeschwindigkeit bei unserem Brenner zu suchen sein. Bei mehr als 40—50%igem Gehalt an organischer Substanz bringt Aceton in jedem Fall die höchsten Effekte. Unter den Alkoholen bewirkt Methanol den stärksten Anstieg, gefolgt von Äthanol und i-Propanol; die Lage der Dioxankurven in diesen Diagrammen variiert von Fall zu Fall.

Die Intensitäten von Flammenspektren sind unter anderem stark von der Durchflußgeschwindigkeit der Untersuchungslösungen durch die Brennercapillare abhängig, da sich mit einer Änderung der Zerstäubungsgeschwindigkeit selbstverständlich auch die Konzentration des betreffenden Elementes in der Flamme ändert. Diese Zerstäubungsgeschwindigkeiten von Gemischen organischer Lösungsmittel mit Wasser ändern sich, wie Tab. 2 zeigt, nicht monoton mit der Konzentration c_{org}, sondern durchlaufen ein Minimum bei c_{org}-Werten zwischen 40 und 60%, ähneln also stark den Abhängigkeiten der dynamischen Zähigkeiten solcher Gemische von deren Zusammensetzung. Die in den F-c_{org}-Kurven dargestellten Werte resultieren nun aus einer Überlagerung des Effektes der Emissionsverstärkung mit dem Effekt der veränderten Elementkonzentration in der Flamme, so daß zur Erfassung des reinen Verstärkungseffektes der Einfluß veränderter Zerstäubungsraten eliminiert werden muß.

Nach den Untersuchungen von Baker u. Vallee[1] kann für die Knallgasflamme im Gebiet niedriger Zerstäubungsraten (bis etwa 2 ml/min) eine fast lineare Abhängigkeit der Linienintensität von der Zerstäubungsrate angenommen werden. Die bei höheren Raten auftretende Abweichung von der Linearität ist auf die starke Erniedrigung der Flammentemperatur durch die relativ großen, in der Zeiteinheit zugeführten Wassermengen zurückzuführen. Diese Temperaturerniedrigung ist im Falle des Zuführens brennbarer organischer Lösungsmittel erheblich geringer als bei Wasser; nach Messungen von Püschel u. Eckhard[13] wird die Temperatur der Knallgasflamme bei Zufuhr von 2,0 ml H_2O/min von 2950 auf 2600° K gesenkt, bei Zufuhr der gleichen Menge Alkohol dagegen nur auf etwa 2830° K. Diese Ergebnisse ließen es zulässig erscheinen, zur Eliminierung des Einflusses verschiedener Zerstäubungs-

* Aus Gründen der Platzersparnis sind diese F-c_{org}-Kurven in der vorliegenden Arbeit nicht angegeben.

raten eine lineare, rechnerische Korrektur anzubringen, d.h. die F-Werte mit dem Quotienten

$$\frac{v_0}{v} = \frac{\text{Zerstäubungsrate der rein wäßrigen Lösung}}{\text{Zerstäubungsrate der organischen bzw. gemischt wäßrig-organ. Lösung}}$$

zu multiplizieren. Diese Korrekturwerte, im folgenden kurz mit $\frac{v_0}{v}$ bezeichnet, sind für die verschiedenen Lösungsmittel und Konzentrationen in Tab. 2 zusammengestellt.

Tabelle 2. *Zerstäubungsgeschwindigkeiten v wäßrig-organischer Gemische*

Substanz	Methanol		Äthanol		i-Propanol		Aceton		Dioxan	
Konzentration Vol-%	v ml/min	$\frac{v_0}{v}$	v ml/min	$\frac{v_0}{v}$	v ml/min	$\frac{v_0}{v}$	v ml/min	$\frac{v_0}{v}$	v ml/min	$\frac{v_0}{v}$
0	2,22	1,00	2,22	1,00	2,22	1,00	2,22	1,00	2,22	1,00
20	1,60	1,39	1,43	1,57	1,29	1,72	2,00	1,11	1,65	1,35
40	1,52	1,46	1,07	2,10	0,85	2,61	1,69	1,31	1,28	1,74
60	1,46	1,52	1,03	2,18	0,77	2,88	1,94	1,15	1,13	1,96
80	1,94	1,15	1,17	1,92	0,79	2,81	2,93	0,76	1,26	1,76
90	2,45	0,91	1,52	1,47	0,90	2,46	4,00	0,55	1,48	1,50
99	3,24	0,69	1,82	1,23	1,05	2,12	4,80	0,46	1,69	1,31

In den Abb. 1—11 sind die durch Umrechnung erhaltenen korrigierten F-Werte (F_{korr}) für alle untersuchten Atomlinien bzw. Banden in

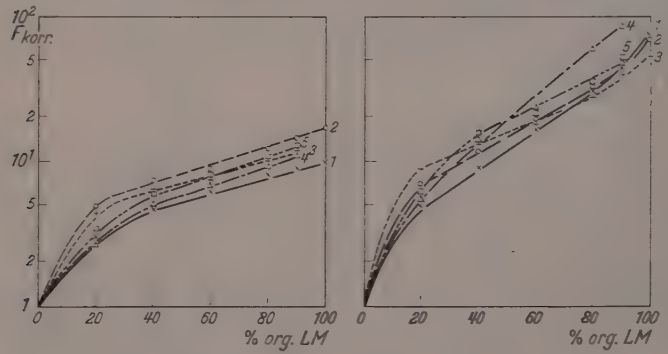

Abb. 1 Abb. 2

Abb. 1. Kalium 766,770 nm. Die Ziffern an den Kurven bedeuten bei allen Abbildungen: *1* Methanol; *2* Äthanol; *3* i-Propanol; *4* Aceton; *5* Dioxan

Abb. 2. Kalium 404/407 nm

Abhängigkeit von der Konzentration der Untersuchungslösung an organischem Solvens aufgetragen, und zwar wurde für die F_{korr}-Skala der logarithmische Maßstab gewählt.

Aus diesen Diagrammen lassen sich zwei interessante Schlüsse ziehen: Erstens unterscheiden sich die F_{korr}-Werte unter gleichen Bedingungen

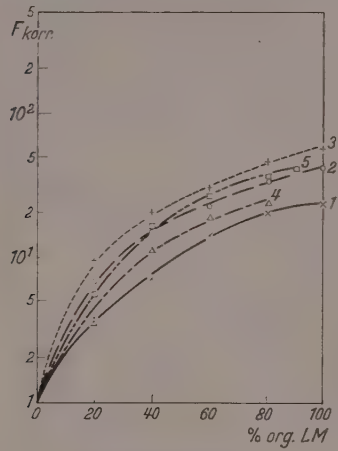

Abb. 3. Magnesium 285,2 nm

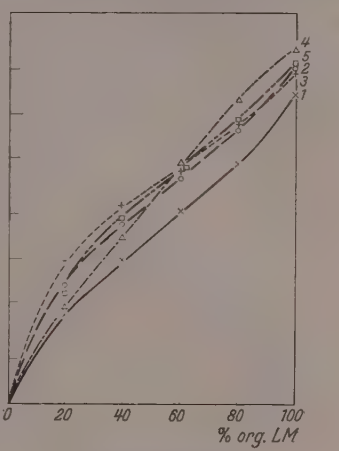

Abb. 4. Calcium 422,7 nm

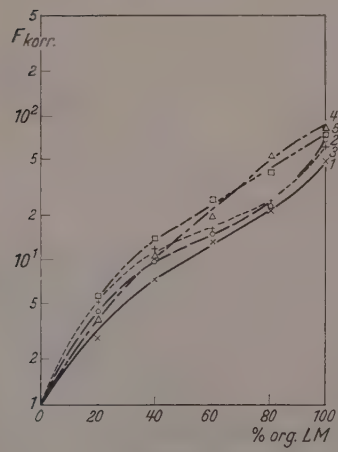

Abb. 5. Calcium 554 nm

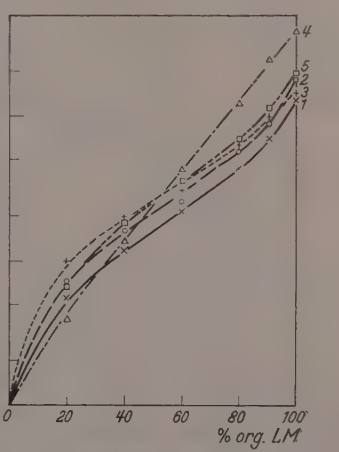

Abb. 6. Strontium 460,7 nm

für verschiedene Elemente erheblich voneinander. Das Beispiel des Calciums zeigt, daß auch für die Atomlinien- und die Bandenemission des gleichen Elementes beträchtliche Unterschiede zu verzeichnen sind; starke Unterschiede sind auch bei der Emission zweier Atomlinien des gleichen Elementes festzustellen, wie z.B. für das rote und das blaue

K-Dublett. Zweitens geht aus den Abbildungen hervor, daß sämtliche lg F_{korr}-c_{org}-Kurven zumindest in ihrem Mittelteil geradlinig verlaufen. Bei den Linien K 766/770, Cu 324,8, Cu 327,4 und Ag 338,3 erstreckt sich dieser geradlinige Teil über den c_{org}-Bereich von 20—100%; bei

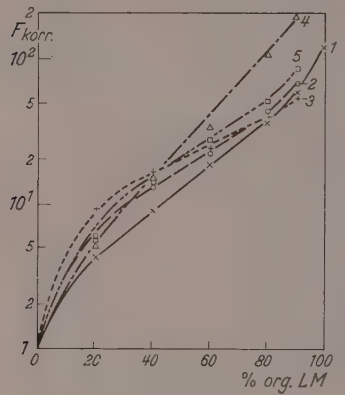

Abb. 7. Barium 553,6 nm

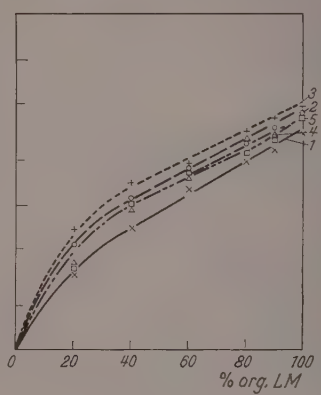

Abb. 8. Kupfer 324,8 nm

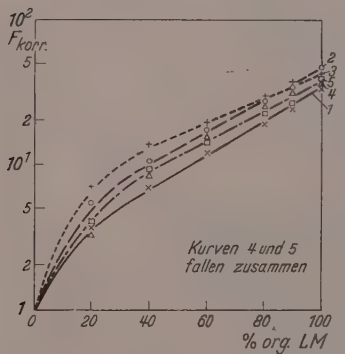

Abb. 9. Kupfer 327,4 nm

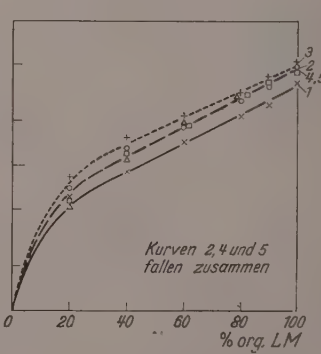

Abb. 10. Silber 338,3 nm

Konzentrationen unterhalb 20% tritt in jedem Fall ein Abweichen von der Linearität ein. Außerdem verlaufen bei jeder dieser 4 Linien die den einzelnen organischen Solventien entsprechenden Kurven angenähert einander parallel. Im Falle der Mg-Linie 285,2 nm weichen die lg F_{korr}-c_{org}-Kurven bei höheren c_{org}-Werten von der Geradlinigkeit nach unten hin ab; bei der Ga-, Ca-, Sr- und Ba-Linie sowie bei der CaOH-Bande 554 nm treten dagegen bei $c_{org} > 80\%$ zum Teil starke Abweichungen in Richtung höherer F_{korr}-Werte auf. Außerdem ist die Steigung der bei

Zusatz von Aceton erhaltenen Kurve durchweg wesentlich größer als bei den anderen untersuchten Solventien.

Ein interessantes Bild ergibt sich, wenn man die F_{korr}-Werte für $c_{org} = 99\%$* in Abhängigkeit von der Anregungsspannung U der betreffenden Linie aufträgt, wie dies in Abb. 12 geschehen ist. Bei hohen U-Werten (d.h. bei den Linien Mg 285,2, Cu 324,8, Cu 327,4 und Ag 338,3 mit Anregungsspannungen zwischen 3,6 und 4,4 eV) werden relativ niedrige $F_{korr}^{99\%}$-Werte erhalten. Die aliphatischen Alkohole ordnen sich

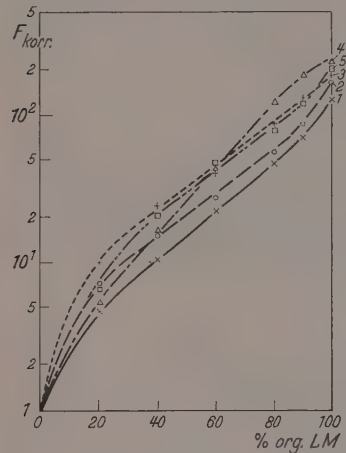

Abb. 11

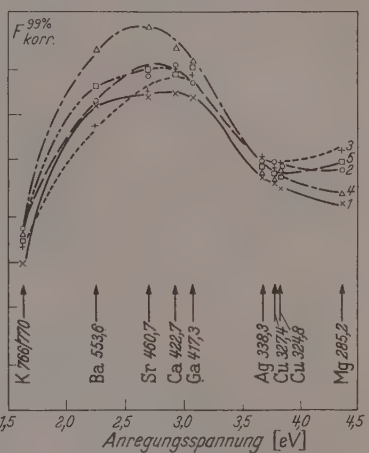

Abb. 12

Abb. 11. Gallium 417,3 nm

Abb. 12. Abhängigkeit der F_{korr}-Werte für $C_{org} = 99\%$ von der Anregungsspannung der gemessenen Linie

hier in der Reihenfolge ihrer Verbrennungswärmen ein; Dioxan und Aceton liegen nicht an den Stellen, an denen sie nach dieser Reihenfolge zu erwarten wären. Auch eine Korrektur hinsichtlich der unterschiedlichen Oberflächenspannungen, die — nach den Untersuchungen von Nukiyama u. Tanasawa[9] — mitverantwortlich für die Tröpfchengröße im Nebel sind, bringt keine Veränderung der Reihenfolge. Die Linien mit den Anregungsspannungen zwischen 3,6 und 3,9 eV (Cu und Ag) sind auch diejenigen, deren lg F_{korr}-c_{org}-Kurven weitgehend geradlinig und — für die verschiedenen Solventien — einander parallel

* Der Wert von 99% wurde gewählt, weil dies in den meisten Fällen der höchste untersuchte c_{org}-Wert war. In den Fällen, in denen die vorgegebene Elementmenge in 99%igem organischem Lösungsmittel nicht mehr löslich und deshalb die Messung bei 99% nicht möglich war, wurden die F-c_{org}-Kurven auf $c_{org} = 99\%$ extrapoliert und daraus der F_{korr}-Wert berechnet.

verlaufen. Bei U-Werten unter 3,5 eV tritt ein starker Anstieg der $F_{\text{korr}}^{99\%}$-Werte für alle untersuchten organischen Lösungsmittel auf. i-Propanol tritt in der Wirksamkeit stark zurück zugunsten von Aceton, das im Bereich von 2,2—3,1 eV eindeutig die stärksten Effekte bringt. Während die lg F_{korr}-c_{org}-Kurven für die Einwirkung der Alkohole und des Dioxans auf die Linien mit U-Werten zwischen 2,2 und 3,1 eV etwa einander parallel verlaufen, weist die dem Aceton zugehörige Kurve eine wesentlich stärkere Steigung auf.

Bei U-Werten zwischen 2,6 und 3,0 eV durchlaufen alle Kurven der Abb. 12 ein Maximum, um nach kleineren U-Werten hin wieder stark abzufallen. Die für das rote K-Dublett erhaltenen Werte schließlich sind die niedrigsten, die bei diesen Messungen auftraten.

Vergleicht man die Gestalt der lg F_{korr}-c_{org}-Kurven mit der S-Form der lg F-c_{org}-Kurven, dann kann man feststellen, daß durch die rechnerische Korrektur der F-Werte für die Linien mit Anregungsspannungen zwischen 3,6 und 3,8 eV die Kurvenform sehr vereinfacht wird. Für die Mg-Linie 285,2 nm ($U = 4{,}34$ eV) wird offensichtlich eine Überkompensation erreicht; für die Ga-, Ca-, Sr- und Ba-Linie ($U <$ 3,1 eV) wird der Einfluß der veränderten Durchflußrate zwar verringert, aber nicht ganz ausgeschaltet.

Die CaOH-Bande 554 nm und das K-Dublett 404/407 nm wurden in der Abb. 12 nicht mit aufgenommen. Bei der CaOH-Bande war der Wert der Anregungsspannung für den Elektronenübergang nicht bekannt; die F-Werte für das K-Dublett liegen wesentlich niedriger als dem U-Wert entsprechen würde, was vielleicht darauf zurückgeführt werden kann, daß, im Gegensatz zu allen anderen hier untersuchten Linien, die des blauen K-Dubletts keine Resonanzlinien sind.

Zusammenfassung

Die Beeinflussung der Flammenemission von 10 Atomlinien und einem Bandenmaximum durch Zusätze von Methanol, Äthanol, i-Propanol, Aceton und Dioxan zu den Untersuchungslösungen wurde unter konstanten apparativen Bedingungen vergleichend untersucht, die Ergebnisse wurden im Hinblick auf Zerstäubungsgeschwindigkeit sowie auf die Anregungsspannung der betreffenden Linien diskutiert.

Herrn Dr. G. IWANTSCHEFF und Herrn Dr. W. GEBAUHR, Forschungslaboratorium der Siemens-Schuckertwerke AG, möchte ich für wertvolle Anregungen und Diskussionen danken.

Literatur

[1] BAKER, M. R., u. B. L. VALLEE: Analyt. Chemistry **31**, 2036 (1959); vgl. diese Z. **176**, 195 (1960). — [2] BODE, H., u. H. FABIAN: diese Z. **162**, 328 (1958). — [3] BODE, H., u. H. FABIAN: diese Z. **163**, 187 (1958). — [4] BODE, H., u. H. FABIAN: diese Z. **170**, 387 (1959). — [5] CURTIS, G. W., H. E. KNAUER u. L. E. HUNTER: Amer. Soc. Test. Mat., Spec. Techn. Publ. Symp. Flame Photometry (1951). —

[6] FINK, A.: Mikrochim. Acta (Wien) **1955**, 314; vgl. diese Z. **149**, 111 (1956). — [7] KINGSLEY, G. R., u. R. R. SCHAFFERT: J. biol. Chemistry **206**, 807 (1954). — [8] MANNA, L., D. H. STRUNK u. S. C. ADAMS: Analyt. Chemistry **29**, 1885 (1957); vgl. diese Z. **163**, 374 (1958). — [9] NUKIYAMA, S., u. Y. TANASAWA: Trans. Soc. Mech. Eng. Japan **5**, 68 (1939); vgl. MAVRODINEANU-BOITEUX: L'Analyse Spectrale Quantitative par la Flamme. 1. Aufl. 1954, S. 55—56. — [10] PÜSCHEL, A., u. S. ECKHARD: Arch. Eisenhüttenwes. **30**, 731 (1959); vgl. diese Z. **176**, 123 (1960). — [11] PUNGOR, E., u. I. KONKOLY THEGE: Acta chim. Acad. Sci. hung. **13**, 235 (1958). — [12] PUNGOR, E., u. I. KONKOLY THEGE: Acta chim. Acad. Sci. hung. **28**, 125 (1961). — [13] RATHJE, A. O.: Analyt. Chemistry **27**, 1583 (1955); vgl. diese Z. **153**, 137 (1956). — [14] SIEBERT, H., u. S. RAPOPORT: Biochem. Z. **326**, 413 (1955).

Dr. K. H. NEEB, Forschungslaboratorium der Siemens-Schuckertwerke AG Erlangen, Werner von Siemens-Straße 50

Aus dem Organisch-analytischen Laboratorium der Farbenfabriken Bayer AG, Leverkusen

o-Phthalsäure-di-(3,3,5-trimethylcyclohexyl)-ester als stationäre Phase für die Gaschromatographie von Phenolderivaten

Von

WERNER SASSENBERG und KARL WRABETZ

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 16. August 1961)

Kürzlich haben wir in dieser Zeitschrift[2] über die gaschromatographische Trennung von Phenol-Kresol-Xylenol-Gemischen unter besonderer Berücksichtigung des o-Kresolgehalts in Trikresylphosphat berichtet. In dieser Arbeit konnten bereits brauchbare Versuchsbedingungen zur partiellen Trennung von p- und m-Kresol mitgeteilt werden, während die besonders schwierige Trennung von 2,4- und 2,5-Dimethylphenol nicht gelungen war. Inzwischen haben wir nach Untersuchung einer großen Zahl verschiedener Phthalsäureester im o-Phthalsäure-di-(3,3,5-trimethylcyclohexyl)-ester eine stationäre Phase gefunden, die befriedigende Trennungen von 2,4- und 2,5-Dimethylphenol neben einer verbesserten Trennung von p- und m-Kresol gestattet. Darstellung und Eigenschaften dieses Esters, die Herstellung des Säulenfüllmaterials und die Arbeitsbedingungen werden in der vorliegenden Arbeit mitgeteilt.

Darstellung und Eigenschaften des o-Phthalsäure-di-(3,3,5-trimethylcyclohexyl)-esters

Ausgangssubstanzen: *a) Phthalsäureanhydrid.* Technische Ware mit einem Erstarrungspunkt von 130,30° C.

b) 3,3,5-Trimethylcyclohexanol-(1) (oder 1,1,3-Trimethylcyclohexanol-(5), „Dihydroisophorol"), bezogen von der Fa. Steel u. Co., Ltd., London.

Analytische Daten: FP (korr.) = 57,5—59,5° C; EP = 56,72° C.

	% berechnet	% gefunden
C	76,05	75,85; 75,78
H	12,67	12,85; 12,73
O	11,26	11,75; 11,70
OH-Gruppen	11,97	12,0

Es sei darauf hingewiesen, daß neben dieser Form des Alkohols eine andere mit dem EP ~37° C existiert (vgl. BEILSTEIN, VI, Hauptwerk und I. Ergänzungsband). IR-spektroskopisch kann gezeigt werden*, daß es sich bei der hochschmelzenden Verbindung um die cis-Form und bei der tiefschmelzenden Verbindung um die trans-Form handelt.

Darstellung. 148 g Phthalsäureanhydrid und 284 g 3,3,5-Trimethylcyclohexanol-(1) werden in 1,5—2 l Toluol in Gegenwart von 8 g p-Toluolsulfonsäure mit Veresterungsaufsatz bis zur beendeten Wasserabscheidung gekocht; in der Regel dauert die Veresterung etwa 8 Std. Zur Reinigung wird das Reaktionsgemisch 2—3mal über ungefähr 1 m lange Al_2O_3-Säulen gegeben, wobei nach Bedarf mit Toluol verdünnt wird**. Die Säulen werden mit Toluol nachgewaschen und danach die Hauptmenge des Lösungsmittels auf dem Dampfbad entfernt, letzte Reste durch ein- bis mehrtägiges Stehenlassen im Trockenschrank bei 100° C. Es bleibt eine zähe, fast farblose Flüssigkeit zurück, die allmählich zu einer weißen kristallinen Masse erstarrt. Für weitere Ansätze hält man Impfkristalle zurück.

Das so erhaltene Produkt ist als stationäre Phase brauchbar, eine weitere Reinigung wurde daher auch nicht durchgeführt.

Analytische Daten. Summenformel: $C_{26}H_{38}O_4$; Molgewicht: 414.

	% berechnet	% gefunden
C	75,36	75,52; 75,22
H	9,18	9,28; 9,48
O	15,46	15,91

OH-Gruppengehalt: 0,3%; Säurezahl: 0,8

FP (korr.) 53,0—?° C; Molgewicht (kryoskopisch in Benzol) = 385.

Herstellung des Säulenfüllmaterials

„Chromosorb R" der Fa. Johns-Manville (geglüht, unbehandelt, 80/100 mesh) wird mit konz. Salzsäure vollständig übergossen und mehrere Stunden stehengelassen, wobei man von Zeit zu Zeit die Masse durchrührt. Man läßt noch über Nacht stehen und saugt dann über eine Sinternutsche ab. Danach wird mit Wasser bis zur neutralen Reaktion gewaschen. Die Hauptmenge des anhaftenden Wassers wird mit Aceton verdrängt und das Chromosorb gut getrocknet.

Es werden 30 g des Phthalsäureesters in Chloroform gelöst und mit dieser Lösung 100 g des behandelten Chromosorbs übergossen, wobei soviel Chloroform zugefügt wird, daß alles Chromosorb bedeckt ist. Der Brei wird in eine geräumige Sinternutsche gefüllt, in der durch Erwärmen und Zuleiten von getrocknetem

* Aufnahme und Deutung der IR-Spektren verdanken wir Herrn Priv.-Doz. Dr. HOYER, Farbenfabriken Bayer AG, Leverkusen, Org.-analyt. Laboratorium.

** Andere Methoden der Reinigung haben sich als weniger günstig erwiesen, so bilden sich z. B. bei der Behandlung der ätherischen Lösung mit wäßriger Hydrogencarbonatlösung oft hartnäckige Emulsionen. Die Reinigung mit Al_2O_3-Säulen entfernt gleichzeitig Säure bzw. sauren Ester und überschüssigen Alkohol und hält färbende Bestandteile zurück.

Stickstoff nach der von KAISER[1] empfohlenen Methode das Material von Chloroform befreit wird. Das völlig trockene Material wird schließlich in einer Siebmaschine durch einstündiges Sieben von allen Anteilen $>0{,}18$ mm und $<0{,}125$ mm mit Prüfsieben DIN 4188 befreit.

Arbeitsbedingungen und Chromatogramme

Gerät. Eigenbaugerät mit Gow-Mac-Wärmeleitzelle (System Pretzel); weitere Einzelheiten hierzu enthält die vorhergehende Veröffentlichung[2]. Arbeitstempera-

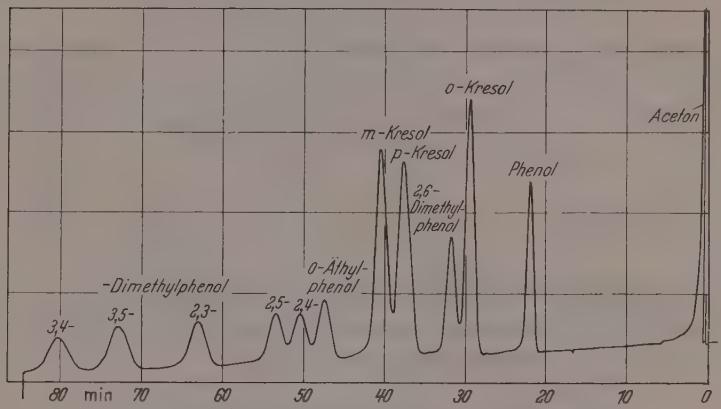

Abb. 1 Gaschromatogramm einer Phenol-Kresol-Xylenol-Mischung auf o-Phthalsäure-di-(3,3,5-tri-methylcyclohexyl)-ester bei 131,7° C

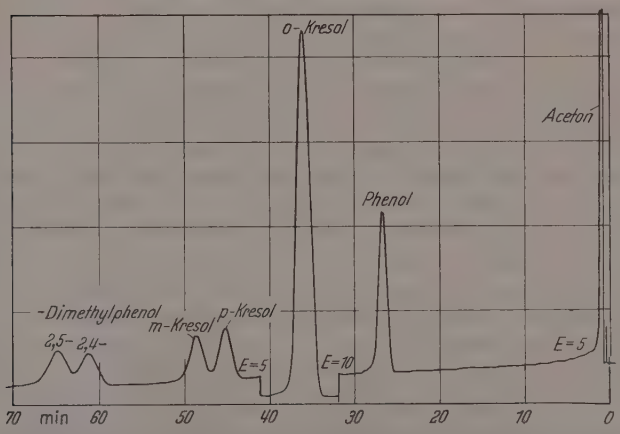

Abb. 2. Die Trennung p-, m-Kresol und 2,4-, 2,5-Dimethylphenol bei kleineren Konzentrationen

tur 131,7° C (Chlorbenzoldampf); Brückenstrom 250 mA; Trägergas Wasserstoff; Vordruck 0,9—1,2 atü; Enddruck ~760 Torr; Strömungsgeschwindigkeit 250 ml/min;

Säulenform einfaches U-Rohr; Säulenlänge 3 m; lichte Weite 0,35 cm; injizierte Menge ~ 0,01 ml. — Festen und hochviscosen Proben wird je nach Bedarf Aceton zugegeben.

In der Abb. 1 ist ein unter den angegebenen Bedingungen erhaltenes Gaschromatogramm einer Mischung dargestellt, die neben Phenol sämtliche isomeren Kresole und Xylenole sowie o-Äthylphenol enthält. Abb. 2 zeigt die besonders schwierigen Trennungen von p- und m-Kresol

Tabelle. *Relative Retentionen (r) von Phenolen auf o-Phthalsäure-di-(3,3,5-trimethylcyclohexyl)-ester*

Verbindung	r	Verbindung	r
Phenol	1,00	2,4-Dimethylphenol	2,32
o-Kresol	1,34	2,5-Dimethylphenol	2,45
2,6-Dimethylphenol	1,45	2,3-Dimethylphenol	2,90
p-Kresol	1,72	p-Äthylphenol	3,10
m-Kresol	1,85	3,5-Dimethylphenol	3,35
o-Äthylphenol	2,17	3,4-Dimethylphenol	3,69

und 2,4- und 2,5-Dimethylphenol bei kleineren Konzentrationen dieser Verbindungen. Die Tabelle enthält die relativen Retentionen der untersuchten Phenolderivate, die angeführten Zahlen stellen Mittelwerte aus einer Reihe von Einzelmessungen dar.

Diskussion

Insgesamt wurden in unserem Laboratorium etwa 60 Ester der Phthalsäure sowie ihrer Derivate Iso-, Terephthalsäure, Tetra- und Hexahydrophthalsäure dargestellt und auf ihre Eignung als stationäre Phasen für die Phenol-Kresol-Xylenol-Trennung untersucht. Hierbei stellten wir fest, daß für diesen Zweck besonders die Ester von aliphatischen unsubstituierten Alkoholen mit 8—10 C-Atomen geeignet sind, die Verzweigungen bzw. Ringe enthalten (Trimethylcyclohexyl-, Dekalyl- und Nonyl-Ester). Das Kalottenmodell dieser Ester stellt kompakte, fast kugelige Moleküle dar, deren Oberfläche von H-Atomen dicht besetzt ist. Als Säurekomponente erwies sich die o-Phthalsäure als am besten geeignet, allerdings waren die analogen Ester der Tetra- und Hexahydrophthalsäure fast ebenso gut brauchbar, während bei den Estern der Iso- und Terephthalsäure in der Regel eine viel schlechtere Wirksamkeit beobachtet wurde.

Die oben beschriebene Säulenfüllung ist bei Dauerbetrieb unter den angegebenen Arbeitsbedingungen mindestens 8 Arbeitstage haltbar, danach sollte sie erneuert werden. Während dieser Zeit können mehr als 40 Kresol-Xylenol-Analysen ausgeführt werden. Die in unserem Laboratorium erreichten theoretischen Bodenzahlen lagen für Phenol und die Kresole bei 3000—3500, für die Xylenole bei 4000—5000.

Zusammenfassung

Es wird die Gaschromatographie von Phenolderivaten mit dem Phthalsäureester der bei ungefähr 55° C schmelzenden Form des 3,3,5-Trimethyl-cyclohexanols-(1) als stationärer Phase beschrieben. Dieser Ester gestattet neben einer guten Trennung von p- und m-Kresol auch die schwierige Trennung von 2,4- und 2,5-Dimethylphenol.

Darstellung und Eigenschaften des Esters, die Herstellung des Säulenfüllmaterials und die Arbeitsbedingungen werden mitgeteilt.

Literatur

[1] KAISER, R.: Gas-Chromatographie, S. 47, Leipzig 1960. — [2] WRABETZ, K., u. W. SASSENBERG: diese Z. **179**, 333 (1961).

Dr. K. WRABETZ und Dr. W. SASSENBERG, Organisch-analytisches Laboratorium der Farbenfabriken Bayer AG, Leverkusen

---

Aus der Landesanstalt für Bodennutzungsschutz des Landes Nordrhein-Westfalen

Eine Methode zur raschen photometrischen oder titrimetrischen Gesamtschwefelbestimmung in biologischem Material

Von
MANFRED BUCK

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 16. August 1961)

Die quantitative Bestimmung des Schwefelgehaltes pflanzlicher Substanzen ist sowohl auf rein botanischem und pflanzenphysiologischem als auch auf agrikulturchemischem Gebiet von erheblichem Interesse. Das geht nicht zuletzt aus der außerordentlich hohen Zahl der in den letzten 20 Jahren ausgearbeiteten Aufschluß- und Bestimmungsverfahren hervor[2,3,6,13–15,20]. Andererseits zeigt diese Tatsache, daß die Schwefelbestimmung in Pflanzensubstanz mit gewissen Schwierigkeiten verbunden ist.

Die oxydativen Aufschlußmethoden im offenen System (Tiegel, Bechergläser) haben durchweg den Nachteil, daß häufig, in Abhängigkeit von der angewandten Methodik und der Art des pflanzlichen Materials, keine quantitative Erfassung des Schwefels erfolgt. Entweder treten Verluste durch das Entweichen von Schwefelwasserstoff oder Schwefeldioxid auf, oder es erfolgt keine quantitative Oxydation der Substanz[2,6,7,14,15,19]. Das Arbeiten im geschlossenen System ist daher und auch aus anderen Gründen vorzuziehen[2]. Manche dieser Methoden

eignen sich aber nicht für die Durchführung von Serienanalysen, so beispielsweise der Aufschluß mit Jodwasserstoffsäure, Ameisensäure und rotem Phosphor wegen der langen Aufschlußdauer[12]. Die Reduktion mit Wasserstoff im Ter-Meulen-Rohr[27] nach STRATMANN[26] ist wegen der begrenzten Einwaage von maximal 2 mg getrockneter pflanzlicher Substanz zwar für spezielle Problemstellung auf dem Gebiet der Pflanzenphysiologie und des Nachweises von Immissionsschäden an Pflanzen durch Schwefeldioxid ausgezeichnet geeignet, kann aber für die normalen agrikulturchemischen Zwecke kaum angewandt werden. Das gleiche trifft für die bekannten Mikromethoden von PREGL[17], ROTH[18], STEYERMARK[24], ZINNEKE[29], SCHÖNIGER[22], SCHÖBERL[21] und andere zu. Die bislang für die Schwefelbestimmung im geschlossenen System in größeren Einwaagen (0,1—1 g) am häufigsten benutzten oxydativen Verfahren sind die von BALKS[1] empfohlene Verbrennung nach GROTE u. KREKELER[10] und der Aufschluß in der Parr-Bombe mit komprimiertem Sauerstoff[16] bzw. in der Mikrobombe mit Natriumperoxid nach WURZSCHMITT[19,28]. In beiden Fällen geschieht die Bestimmung des anfallenden Sulfations gravimetrisch als Bariumsulfat. Die Verbrennung im Quarzrohr hat den Nachteil, daß bei den angewandten Verbrennungstemperaturen geringe Sulfatmengen unzersetzt im Verbrennungsschiffchen zurückbleiben. Daher muß eine Extraktion des Schiffchens vorgenommen werden. Um zwei getrennte Sulfatbestimmungen zu umgehen, vereinigt man Absorptions- und Extraktionslösung. Die letzte enthält nun natürlich wiederum alle in der Pflanzensubstanz ursprünglich vorhandenen Ionen. Infolge ihrer Störwirkung verbietet sich die sonst mögliche Anwendung eleganter und zeitsparender Titrationsmethoden. Dies gilt auch für die nach der Parr-Methode und insbesondere für die nach dem Wurzschmitt-Aufschluß anfallenden und große Mengen an Natriumionen enthaltenden Aufschlußlösungen. Ihre Abtrennung durch Ionenaustausch mit anschließender Sulfatbestimmung nach der Bariumchloranilat-Methode ist vorgeschlagen worden[19]. Der Ionenaustausch erfordert jedoch einen ziemlich hohen Zeitaufwand, so daß dieses Verfahren einen begrenzten Anwendungsbereich finden kann.

Um in einem Arbeitsgang und in möglichst kurzer Zeit eine quantitative Überführung des in der Pflanze anorganisch und organisch gebundenen Schwefels in SO_2/SO_3 und deren Absorption in verdünnter Wasserstoffperoxidlösung zu erreichen, bedienten wir uns der in der berg- und hüttenmännischen chemischen Praxis angewandten Verbrennungs- und Aufschlußmethode von SEUTHE[23]. Dies Verfahren ließ sich gut mit der colorimetrischen Sulfatbestimmung mit Ba-Chloranilat nach BERTOLACINI u. BARNEY[4] bzw. mit der Methode der direkten Titration des Sulfations mit $BaCl_2$-Lösung unter Benutzung von Thorin als Indicator kombinieren[9]. STRATMANN[25] verbrennt zur Schwefel-

bestimmung in pflanzlichem Material die Substanz in Einwaagen von 10—20 mg ebenfalls nach SEUTHE. Das gebildete SO_2/SO_3 wird an einem Kontakt aus Silberwolle adsorbiert und im Wasserstoffstrom in Schwefelwasserstoff übergeführt, welcher nach Auffangen in Cadmiumacetat nach BETHGE[5] jodometrisch bestimmt wird. Von DAHMEN[8] wurde die Seuthe-Methode zur Schwefelbestimmung in sehr geringen Mengen pflanzlicher Substanz (Blatteile und ähnliches) benutzt und zur Bestimmung des gebildeten SO_2 eine Leitfähigkeits-Meßanordnung angewandt.

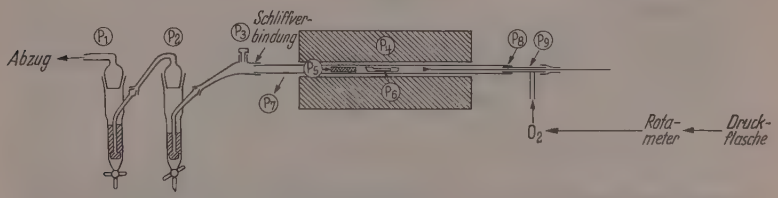

Abb. 1. *Verbrennungsapparatur zur Schwefelbestimmung in pflanzlichen Materialien.* P_1, P_2 Frittenwaschflaschen(G 2); P_3 Vorstoß mit Schliff und Öffnung zum Spülen des Vorstoßes; P_4 Ofen; P_5 Quarzrohr mit Kontakt aus Platindrahtnetz; P_6 Platinschiffchen mit Substanz im Porzellanschutzschiffchen; P_7 Porzellanrohr; P_8 Teflonstopfen; P_9 T-Stück als Führung für den Schieber und als Gaseinlaß

Um reproduzierbare Analysenwerte zu erhalten, ist dabei eine quantitative SO_2-Bildung notwendig. Da es außerordentlich schwierig ist, eine, wenn auch geringe SO_3-Bildung durch Wandreaktion zu vermeiden, zogen wir es vor, an die Verbrennung eine sichere und schnelle Sulfatbestimmung anzuschließen.

Die Verbrennungsapparatur, wie sie im Handel* als Apparatur nach SEUTHE erhältlich ist, wurde dahingehend modifiziert, daß in der 500—550° C heißen Rohrzone (Abb. 1) ein Quarzrohr mit einem Kontakt aus einer Platindrahtrolle (P_5) angebracht wurde, um eine quantitative Bildung von SO_2/SO_3 sicherzustellen. Außerdem erfolgt die Verbrennung bzw. Zersetzung der Substanz nicht bei 1200° C, sondern bei 1300—1310° C. Dadurch ist es möglich, auf die Anwendung von Eisen(III)-phosphat, welches als Aufschlußmittel für die schwer zersetzlichen Sulfate dient, zu verzichten. Dies wurde deshalb angestrebt, weil die zur Verwendung gelangten verschiedenen Chargen von Eisen(III)-phophat nicht die gewünschten niedrigen Blindwerte besaßen. Die zweckmäßig gebauten Absorptionsflaschen sind mit G2-Fritten versehen, deren Porengröße noch für die Strömungsgeschwindigkeit des Sauerstoffs (1,5 l/min) geeignet ist. Da die Absorption in einer Flasche nicht immer vollständig ist, werden grundsätzlich 2 Absorptionsgefäße hintereinandergeschaltet. Alle Verbindungen zwischen Verbrennungsrohr aus Porzellan und den Absorptionsgefäßen sind mit Schliffen hergestellt. Zum Verschluß der Eingangsöffnung des Verbrennungsrohres und zur Aufnahme des T-Stückes, durch welches die Zuführung des Sauerstoffes erfolgt und welches die Führung für den als Schieber dienenden Quarzstab darstellt, benutzt man einen Teflonstopfen.

Nach der unten gegebenen Arbeitsvorschrift wurden zunächst etwa 300 μg S enthaltende Einwaagen an $CaSO_4 \cdot 2\,H_2O$ und Methionin

* Hersteller: Fa. Lange & Rehberg, Bochum.

(Merck) verbrannt bzw. zersetzt. Methionin und $CaSO_4$ wurden als „Modellsubstanzen" für die normalerweise den Schwefel wohl überwiegend in Form der Sulfat- und SH-Gruppierung enthaltenden schwefelhaltigen Pflanzeninhaltsstoffe angesehen. $CaSO_4$ kam vor allen Dingen deswegen zur Anwendung, weil es von den in der Pflanze überwiegend vorkommenden das am schwersten zu zersetzende Sulfat ist. Die Ergebnisse sind in Tab. 1 aufgeführt und lassen erkennen, daß die Übereinstimmung der gefundenen Schwefelgehalte mit den gegebenen Mengen befriedigend ist.

Tabelle 1

Ergebnisse der Verbrennung bekannter Mengen von $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ und Methionin

Substanz	Gegeben		Gefunden		Abweichung
	µg S	%	µg S	%	(%)
$CaSO_4 \cdot 2H_2O$ (p.a. Merck)	319,4	20,8	310,6	20,2	− 2,8
	329,7		333,0	21,0	+ 1,0
	325,0		324,0	20,7	− 0,3
Methionin (Merck)	300,8	21,5	292,0	20,9	− 2,9
	343,8		346,0	21,6	+ 0,7
	300,8		296,0	21,1	− 1,6
	386,7		388,0	21,6	+ 0,3

Es war daher anzunehmen, daß die Verbrennungsmethode auch für die Bestimmung des Schwefelgehaltes in Pflanzenmaterial anwendbar war. Eine Vergleichsuntersuchung mit fünf anderen, allgemein als zuverlässig und quantitativ angesehenen Verfahren ergab in der Tat eine ausgezeichnete Übereinstimmung zwischen den Analysenergebnissen, wie aus Tab. 2 hervorgeht.

Aus Tab. 2 ist zu entnehmen, daß zwischen den Bezugsverfahren und unserer Methode, gleichgültig ob die SO_4-Bestimmung titrimetrisch oder colorimetrisch erfolgt, eine ausgezeichnete Übereinstimmung besteht, sowohl was die absolute Höhe des Schwefelgehaltes angeht, als auch was Standardabweichung und 99%-Vertrauensbereich betrifft. Völlig gleiche Ergebnisse in dieser Hinsicht wurden auch mit anderen pflanzlichen Materialien, wie z. B. Kiefernnadeln, Getreidestroh und -körnern, Kirsch- und Holunderblättern, Leguminosen und Klee, erhalten. Auch zur Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes von Holzmehl und Flugstäuben läßt sich dieses Verfahren benutzen.

Der Zeitbedarf für eine Bestimmung beträgt ungefähr 25 min, so daß von einem geübten Laboranten täglich 15—20 Analysen durchgeführt werden können. Das Einengen der Absorptionslösungen nimmt man zweckmäßigerweise über Nacht vor (Wasserbad oder Trockenschrank). Da das Aufheizen des Verbrennungsofens auf die erforderliche Temperatur von 1300° etwa 2 Std in Anspruch nimmt, ist es empfehlenswert,

während dieser Zeit die photometrischen bzw. titrimetrischen Bestimmungen vorzunehmen.

Wegen der quantitativen Erfassung des Gesamtschwefelgehaltes, der guten Reproduzierbarkeit der Analysenwerte, des geringen Zeitbedarfs und der Möglichkeit, die Einwaage je nach der Höhe des zu erwartenden

Tabelle 2. *Ergebnisse der Schwefelbestimmung in Pflanzenmaterial (Trockensubstanz von Fichtennadeln) nach verschiedenen Verfahren, in Prozent S, bezogen auf absolute Trockensubstanz*

Aufschluß- und Bestimmungsverfahren Einwaage	arithm. Mittel aus den Analysenwerten $\bar{x}$	Standardabweichung s	99%-Vertrauensbereich	Zahl der Bestimmungen n
1. *Verbrennung nach SEUTHE[25] bei 1200° C im O_2-Strom, Absorption des SO_2/SO_3 am Ag-Kontakt, Reduktion des SO_4^{2-} mit H_2, jodometrische Bestimmung des H_2S nach Überführung in CdS (nach BETHGE). Einwaage: ~20 mg	0,26	0,003	0,01	10
2.* Verbrennung nach GROTE u. KREKELER[10], Absorption des SO_2/SO_3 in verd. H_2O_2-Lösung, gravimetrische Sulfatbestimmung als $BaSO_4$. Einwaage: ~1 g	0,27	<0,01	<0,01	3
3. Aufschluß mit Na_2O_2 im Nickel-Tiegel. (A.O.A.C.-Standard-Verfahren[11]). Gravimetrische Sulfatbestimmung als $BaSO_4$. Einwaage: ~1 g	0,27	0,005	0,02	9
4. Aufschluß mit Na_2O_2 nach WURZSCHMITT[28], mikrogravimetrische Sulfatbestimmung als $BaSO_4$. Einwaage: ~100 mg	0,26	0,004	0,01	10
5.*. Reduktiver Aufschluß[26] im H_2-Strom, direkte photometrische H_2S-Bestimmung über Molybdänblau. Einwaage: ~1 mg	0,27	0,004	0,01	10
6. Verbrennung im O_2-Strom, bei 1320° C Absorption des SO_2/SO_3 in 3%iger H_2O_2-Lösung a) Sulfatbestimmung durch direkte Titration mit 0,01 n $BaCl_2$-Lösung	0,27	0,004	0,02	5
b) Sulfatbestimmung nach der Bariumchloranilat-Methode. Einwaage: ~100 mg	0,27	0,004	0,01	10

* Herrn Dir. Dr. habil. R. BALKS und Herrn Dr. H. STRATMANN sei an dieser Stelle für die freundlicherweise vorgenommenen Vergleichsanalysen gedankt.

Schwefelgehaltes zwischen 50 und 250 mg getrockneter Pflanzensubstanz, Mengen, die auch für die Entnahme guter Durchschnittsproben im agrikulturchemischen Sinne ausreichen, zu variieren, eignet sich die beschriebene Methode für spezielle und serienanalytische Schwefelbestimmungen gleichermaßen gut.

Arbeitsvorschrift

1. Verbrennung

Die beiden Waschflaschen P_1 und P_2 (Abb. 1) werden mit 40 ml (Flasche P_2) bzw. 20 ml (Flasche P_1) 3%iger Wasserstoffperoxidlösung, welche durch Verdünnen von 30%igem Wasserstoffperoxid mit entionisiertem Wasser hergestellt wird, beschickt. Das Platinschiffchen mit der eingewogenen Pflanzenprobe stellt man in ein Schutzschiffchen aus Porzellan. Dieses ist durch Ausheizen unter den Verbrennungsbedingungen blindwertfrei gemacht worden. Zweckmäßigerweise bereitet man gleich mehrere vor, um im Wechsel verbrennen zu können. Nach Einbringen der Schiffchen in das Verbrennungsrohr und Einregulieren des Sauerstoffstroms auf eine Geschwindigkeit von 1,5 l/min schiebt man die Schiffchen *langsam* zentimeterweise mit dem Quarzstab der heißen Zone entgegen. Das Vorwärtsbewegen ist kritisch. Es muß zunächst solange sehr langsam erfolgen, bis die organische Substanz bei ungefähr 600—700° C verbrannt und verascht ist. Danach kann das Schiffchen ziemlich schnell in die auf eine Temperatur von 1300° C erhitzte Rohrzone gebracht werden. Dieser ganze Vorgang beansprucht etwa 10 min Zeit. Die anschließende Verweilzeit der mineralisierten Substanz bei 1300° C für die Sulfatzersetzung beträgt weitere 10 min. Nach einiger Übung ist die Operation mühelos durchzuführen. Es ist zweckmäßig, die verschiedenen Rohrzonen hinsichtlich ihrer Temperatur zu vermessen und die entsprechende Position des Schiffchens am Schieber zu markieren. Nach Abschluß der Verbrennung wird der Sauerstoffstrom abgestellt und das Porzellanschiffchen mit einem Eisendraht *rasch* aus dem Rohr gezogen. Nach Abkühlung reinigt man das Platinschiffchen durch Ausschmelzen mit Soda-Kaliumnitratgemisch. Im Wechsel mit mehreren Porzellan- und Platinschiffchen kann derweil bereits wieder eine neue Verbrennung vorgenommen werden.

2. Sulfatbestimmung

Der Vorstoß P_3 (Abb. 1) wird durch den Schliff P_3 mit warmem dest. Wasser ausgespült und der Inhalt der beiden Waschflaschen unter gründlichem Nachspülen mit Wasser in ein Becherglas mit einer Marke bei 10 ml übergeführt. Das Gesamtvolumen beträgt 80—90 ml und wird auf ein Volumen von 10 ml auf dem Wasserbad oder im Trockenschrank eingeengt. Die Sulfatbestimmung erfolgt entweder titrimetrisch oder colorimetrisch. Die titrimetrische Bestimmung gestattet noch die sichere Bestimmung von 50 μg S/10 ml Lösung. Photometrisch können noch sicher 75 μg S/10 ml Lösung durch Extinktionsmessung bei 4 cm Schichtdicke bestimmt werden.

Wasserstoffperoxid, welches beim Einengen teilweise zerstört wird, stört in den vorhandenen Konzentrationen weder die titrimetrische noch die colorimetrische Bestimmung. Zugaben von 10 ml 30%igem Wasserstoffperoxid zu verd. Schwefelsäurelösungen bekannten Gehaltes hatten keinen Einfluß auf die Extinktionen oder auf den Umschlagspunkt bei der Titration.

Unter den Verbrennungsbedingungen in die vorgelegte H_2O_2-Lösung übergehende Mengen an Cl^-, NO_3^- sowie Phosphationen stören nach unseren Versuchen ebenfalls weder bei der photometrischen noch bei der titrimetrischen Sulfatbestimmung in erheblichem Maße. Zugaben von 600 μg Phosphat zu 200 μg S verursachen eine Extinktionserhöhung von 0,8%, die gleichen Mengen Nitrat- und Chloridionen bewirken keine Extinktionsänderung.

a) Titration mit 0,01 n $BaCl_2$-Lösung. Die auf 10 ml im Becherglas eingeengte Absorptionslösung bzw. bei hohen Schwefelgehalten der verbrannten Substanz ein aliquot abgenommenes Volumen von 10 ml wird unter Nachspülen mit 40 ml Methanol in einen 100 ml-Erlenmeyer-Kolben übergeführt. Nach Zugabe von 5 Tr.

einer 0,2%igen wäßrigen Lösung von Thorin titriert man mit 0,01 n $BaCl_2$-Lösung bis zum Umschlag von Gelb nach Rosa. Man stellt sich einen Standard her, indem man eine etwa 100 μg S enthaltende Menge verd. Schwefelsäure bekannten Gehaltes bis zum Umschlag titriert. Auf diesen Farbton werden dann die Lösungen unbekannten S-Gehaltes titriert.

b) Photometrische Bestimmung nach der Bariumchloranilatmethode. Die auf etwa 10 ml eingeengte Absorptionslösung bzw. bei hohen Schwefelgehalten der aufgeschlossenen Substanz ein aliquot entnommenes Volumen von 10 ml wird unter Nachspülen mit wenig Wasser und 10 ml einer Pufferlösung* in einen 50 ml-Meßkolben übergeführt. Nach Zusatz von 50 mg Bariumchloranilat (Fabrikat Eastman) füllt man mit 25 ml Äthanol** bis zur Marke auf, läßt unter gelegentlichem Umschütteln 20 min stehen, filtriert ausgefallenes Bariumsulfat und überschüssiges Bariumchloranilat über ein mittelhartes Faltenfilter ab (Zeitbedarf: max. 5 min) und mißt im Filtrat die Farbtiefe des im äquivalenten Verhältnis zum Sulfat freigesetzten sauren Chloranilations. Bei dem verfügbaren Filterphotometer erfolgte die Extinktionsmessung bei der Wellenlänge 546 nm ungefähr im Absorptionsmaximum des purpurvioletten freien Chloranilations. Die Messung wurde gegen eine in gleicher Weise wie bei der Sulfatbestimmung aus den Reagentien angesetzte Blindlösung vorgenommen. Die den Extinktionen entsprechenden Schwefelwerte entnimmt man einer Eichkurve, welche mit verd. Schwefelsäurelösungen bekannten Gehaltes aufgestellt wird. Nimmt man die Messung bei einer Schichtdicke von 2 cm vor, so erhält man im Bereich von 200—800 μg S eine Eichgerade, bei einer Schichtdicke von 4 cm eine solche im Bereich von 75—250 μg S. Einer Extinktionszunahme von 0,01 E entspricht eine Menge von 10,5 μg S bzw. eine solche von 5,0 μg S.

Die Ergebnisse wurden auf die in einer Sondereinwaage ermittelte Trockensubstanz bezogen. Den „apparenten" Wassergehalt ermittelte man durch 2stündiges Trocknen im Trockenschrank bei 110° C.

Zusammenfassung

Es wird eine Methode zur Gesamtschwefelbestimmung in pflanzlichem Material beschrieben, welche auf der Verbrennung der Substanz bei 1300° C im Rohr im Sauerstoffstrom und auf der Absorption des gebildeten SO_2/SO_3 in verdünnter Wasserstoffperoxidlösung beruht. Die anschließende Sulfatbestimmung erfolgt entweder photometrisch mit Bariumchloranilat oder durch direkte Titration mit Bariumchlorid und Thorin. Die Methode ist bei Einwaagen zwischen 50 und 200 mg getrockneter Pflanzensubstanz auch für Serienanalysen geeignet. Arbeitsvorschrift, Reproduzierbarkeit und Vergleich der Analysenwerte mit den nach Bezugsmethoden erhaltenen Analysenergebnissen sind angegeben.

Für experimentelle Mitarbeit danke ich Frau Schröter.

* Herstellung der Pufferlösung: 0,6 kg Eisessig p.a. werden mit dest. Wasser auf ein Volumen von 2 l aufgefüllt. Man entnimmt 20 ml, setzt dafür 7,7 g Ammoniumacetat p.a. zu und füllt auf ein Volumen von 2 l im Meßkolben auf. Der p_H-Wert wird auf p_H 2,7 eingestellt.

** Der verbrauchte Alkohol kann ohne weiteres zurückgewonnen und wieder eingesetzt werden.

Literatur

[1] Balks, R.: In: Methodenbuch Bd. XVII des VLUF, Neumann-Verlag, Radebeul und Dresden (1953), S. 96–98. — [2] Balks, R., u. O. Wehrmann: Bodenkunde u. Pflanzenernähr. **6**, 48 (1938); vgl. diese Z. **127**, 237 (1944). — [3] Barlow, W. E.: J. Landwirtsch. **38**, 289, 319 (1903). — [4] Bertolacini, R. J., u. J. E. Barney: Analyt. Chemistry **29**, 281 (1957); **30**, 202 (1958); vgl. diese Z. **158**, 292 (1957); **164**, 441 (1958). — [5] Bethge, P. O.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **10**, 113 (1954); vgl. diese Z. **144**, 377 (1955). — [6] Blanck, E., J. Sachse u. R. Melville: Bodenkunde u. Pflanzenernähr. **6**, 56 (1938); **9/10**, 636 (1938). — [7] Buck, M.: Landwirtsch. Forsch., in Vorbereitung. — [8] Dahmen, H.: Dissertation, Aachen 1959. — [9] Fritz, J. S., u. S. S. Yamamura: Analyt. Chemistry **27**, 1461 (1955); vgl. diese Z. **154**, 283 (1957). — [10] Grote, W., u. H. Krekeler: Angew. Chem. **46**, 106 (1938). — [11] Humphries, E. E.: In: Paech, K., u. M. V. Tracey: Moderne Methoden der Pflanzenanalyse, Bd. I, S. 486 (1956), Springer-Verlag. — [12] Johnson, C. M., u. H. Nishita: Analyt. Chemistry **24**, 736 (1952); vgl. diese Z. **139**, 152 (1953). — [13] Junge, H.: Bodenkunde u. Pflanzenernähr. **19**, 346 (1940). — [14] Nehring, K., u. W. Schramm: Bodenkunde u. Pflanzenernähr. **19**, 355 (1940). — [15] Oelschläger, W.: Schriftenreihe über Mangelkrankheiten, H. 5, 6 (1956). — [16] Parr, S. W.: J. Amer. chem. Soc. **30**, 764 (1908). — [17] Pregl, F.: Monographie Pregl-Roth, Quantitative organische Mikroanalyse. Springer-Verlag, Wien 1958, S. 150. — [18] Roth, H.: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **36/37**, 359 (1951); vgl. diese Z. **135**, 239 (1952). — [19] Scharrer, K., u. H. W. Deloch: Z. Tierernähr. Futtermittelkunde **15**, 67 (1960). — [20] Scharrer, K., u. J. Jung: Z. Tierernähr. Futtermittelkunde **10**, 25 (1955); vgl. diese Z. **148**, 443 (1955/56). — [21] Schöberl, A.: Angew. Chem. **50**, 334 (1937). — [22] Schöniger, W.: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **31**, 15 (1943). — [23] Seuthe, A.: Glückauf **75**, 409, 909 (1939). — [24] Steyermark, A., E. A. Bass, C. C. Johnston u. J. C. Dell: Mikrochemic. J. **4**, 55 (1960); vgl. diese Z. **179**, 65 (1961). — [25] Stratmann, H.: Privatmitteilung aus dem Forschungsinstitut für Luftreinhaltung, Essen. — [26] Stratmann, H., u. N. Hölzel: Arbeitsbericht Nr. 1 des Forschungsinstitutes für Luftreinhaltung, Essen (1960). — [27] Ter Meulen, H.: Recueil Trav. chim. Pays-Bas **47**, 698 (1928). — [28] Wurzschmitt, B.: Chemiker-Ztg. **74**, 356 (1950). — [29] Zinneke, F.: diese Z. **132**, 175 (1951).

Chemierat Dr. M. Buck, Landesanstalt für Bodennutzungsschutz des Landes Nordrhein-Westfalen, Bochum, Marienplatz 4

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, Apparate und Reagentien

Spektrometrie. A. J. Frisque[1] stellt eine *Korrekturformel zur Berücksichtigung des Matrixeffektes bei spektrochemischen Analysen* auf. Hierbei werden sowohl die veränderte Anregung als auch die unterschiedliche Verdampfung berücksichtigt. Allerdings setzt der Verf. bei seinem Korrekturansatz Plasma- und Elektrodentemperatur gleich. Im experimentellen Teil der Arbeit variiert der Verf. bei konstanter Konzentration der Analysenelemente in weiten Grenzen die Matrix und bestimmt die Abhängigkeit des Intensitätsverhältnisses Analysen-/Referenzlinie von der Temperatur, für die er als Maß das Verhältnis einer Strontiumbogen- zu einer Strontiumfunkenlinie nimmt. Aus den so gefundenen Korrelationen leitet er die Konstanten für seine Korrekturformel ab.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1484–1488 (1960). Res. Develop. Dep. Standard Oil Co. (Indiana), Whiting, Ind. (USA). F. Rosendahl

Röntgenfluorescenzspektrometrie. J. E. Moore, G. P. Happ und D. W. Stewart[1] haben ein normales Norelco Röntgenfluorescenzspektrometer elektronisch und mechanisch derart abgeändert, daß große Serienbestimmungen von *Silber in photographischem Material* rationell durchgeführt werden können. Sie haben einen Probenhalter konstruiert, der automatisch, gesteuert vom Drucker, bis zu 21 Filmstellen nacheinander in Analysenstellung bringt. Außerdem haben die Verff. das Gerät mit elektronischer Dekadenuntersetzung sowohl für den Zähl- als auch für den Zeitmeßteil ausgerüstet. Dabei ist eine automatische Untergrundkorrektur durch eine Ziffernvorwahl im Zählteil vorgesehen. Bei der Analyse wird zunächst der Untergrund gemessen und dann die Komplementärzahl dieser Messung im Zählteil eingestellt, so daß bei der Messung der Linienintensität nicht von Null aus gezählt wird, sondern von der Komplementärzahl aus über Null hinweg. Die Verff. weisen noch darauf hin, daß im linearen Teil der Eichkurve durch Wahl der Meßzeit, des Röhrenstromes und der Voruntersetzung die Intensität so gewählt werden kann, daß die Nettointensitätsziffer, die vom Drucker aufgezeichnet wird, gleich der Silberkonzentration ist.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 61—64 (1961). Res. Labs., Eastman Kodak Co., Rochester, N. Y. (USA). F. Rosendahl

Säulenchromatographie. *Über eine simultane Mehrfach-Säulenchromatographie* nach dem Prinzip der „gradient elution" berichtet P. Vestergaard[1]. Um eine kontinuierliche Steigerung der Menge an polarem Lösungsmittel im Elutionsmittel zu erreichen, wird eine Krogh-keyes-Spritze mit einer Vorrichtung zur kontinuierlichen Änderung der Ausflußgeschwindigkeit gekoppelt. Zum Antrieb dient ein Synchronmotor mit 1 U/min. Die Reproduzierbarkeit der Ausflußmenge je Zeiteinheit ist sehr gut. Zur *Bestimmung von 17-Ketosteroiden im Harn* werden Säulen von etwa 45 cm und 6 mm lichter Weite verwendet. Die Säulen sind mit einem Glasmantel umgeben, so daß mit durchfließendem Wasser eine brauchbare Thermokonstanz erzielt wird. Zur Säulenfüllung wird neutrales Aluminiumoxid mit 6% Wasser verwendet (Elutionsmittel Benzol-Äthanol). Ein Testgemisch von 6 Ketosteroiden kann einwandfrei getrennt werden. Die vorgeschlagene Arbeitstechnik gestattet es, jede beliebige Form der Konzentrationskurve einzustellen. Das Original enthält ausführliche technische Einzelheiten.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **3**, 560—569 (1960). Res. Fac., Rockland State Hosp., Orangeburg, N. Y. (USA). H. Zimmer

Gaschromatographie. *Verwendung von Silicongummi oder -fett in geringen Konzentrationen.* N. Nicolaides[1] stellt fest, daß zwischen 240 und 300°C durch die Senkung des Siliconanteils der stationären Phase von 25 auf 5% die Retentionszeiten auf $^1/_3$ verkürzt und dennoch befriedigende Trennungen erzielt werden. — Die Silicongummi-Typen Union Carbide's KS 1014 und W 96 sowie Dow Corning high vacuum silicone grease wurden in Chloroform gelöst und auf Firebrick (42 bis 60 mesh) oder Chromosorb W (80—100 mesh) niedergeschlagen. Als Trägergas wurde He verwendet. — Die Retentionszeiten von mehreren gesättigten und ungesättigten Kohlenwasserstoffen (C_{24}-C_{40}), von Methylestern und Wachsen einiger Fettsäuren und verwandten Verbindungen werden aufgeführt. Auf die gleichzeitige Publikation ähnlicher Versuche von anderer Seite wird hingewiesen[2].

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **4**, 496—499 (1960). Inst. Marine Resources, Dept. Food Sci. Technol., Univ. Berkeley, Calif. (USA). — [2] van den Heuvel, W. J. A., u. Mitarb.: J. Amer. chem. Soc. **82**, 3481, 3791 (1960). A. Niemann

Einen Wärmeleitfähigkeitsdetektor für die Gaschromatographie mit besonders niedrigem Geräuschpegel beschreibt R. Kieselbach[1]. Die störenden Grundgeräusche eines normalen Detektors rühren von Strömungsgeschwindigkeitsänderungen,

Vibrationen, ungenügender Konstanz der Temperatur und des Brückenstroms sowie von dem elektrischen Meßteil her und haben die Größenordnung von 10—20 μV. Verf. entwickelt eine Anordnung (Schaltskizzen im Original), mit der es möglich ist, den Geräuschpegel auf 0,3 μV zu senken und damit die Ansprechempfindlichkeit des Detektors auf das 50fache zu steigern.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1749—1754 (1960). Engng. Res. Lab., E. I. Du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del. (USA). MARGOT ZIMMERMANN

Papierchromatographie. *Eine einfache Anordnung zur konduktometrischen Gehaltsbestimmung von Elektrolyten in papierchromatographischen Flecken* wird von G. G. BLAKE[1] beschrieben. Dabei werden die Substanzen aus den ausgeschnittenen Flecken in ein gemessenes Lösungsmittelvolumen eluiert. Die Leitfähigkeit der resultierenden Lösungen ergibt über individuelle Eichkurven den gesuchten Substanzgehalt.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **22**, 546—548 (1960). Dept. Chem., Univ. Sydney (Australien). H. HARTKAMP

Die Adsorption von Kupfer-, Blei-, Cadmium-, Zink- und Nickelionen durch Filtrierpapier wird von W. F. PICKERING[1] im Rahmen von Untersuchungen über die *anorganische Adsorptionspapierchromatographie* gemessen. 1 g des Papiers (Whatman Nr. 1) wird mit 20 ml der Metallnitratlösung bis zur Gleichgewichtseinstellung behandelt und die Metallkonzentration vor- und nachher bestimmt. Die Versuche zeigen, daß die Adsorption mit der Konzentration der Lösung ($1—10 \cdot 10^{-4}$ m) logarithmisch ansteigt und in der Reihenfolge Cd, Zn, Cu, Pb, Ni fällt. Bei konzentrierteren Lösungen ($2{,}5 \cdot 10^{-3}—10^{-2}$ m) wird ein konstanter Sättigungswert erreicht, der bei Cu 3,9, Zn 4,1, Cd 3,6 und Ni 3,3 μg/g Papier beträgt. Die Werte stimmen mit den aus der Langmuirschen Adsorptionsisotherme berechneten befriedigend überein. Bei der Adsorption wird ein Teil der Ca^{2+}- und Mg^{2+}-Ionen im Papier durch andere Ionen ersetzt. Die Adsorption wird geringer in Gegenwart anderer Elektrolyte, z.B. KNO_3 oder $Mg(NO_3)_2$, wobei sie durch zweiwertige Ionen stärker herabgesetzt wird.

Die Adsorption von Eisen(III)-ionen an Filtrierpapier wird von W. F. PICKERING[2] ebenso bestimmt, wie in der vorhergehenden Arbeit beschrieben. Im Gegensatz zu den Versuchen mit 2wertigen Ionen zeigte sich bei 4 verschiedenen Filtrierpapieren, daß die adsorbierte Menge mit der Zeit recht erheblich zunimmt. Gleichzeitig wird die Lösung unter Bildung von Hydrolyseprodukten, wie $[Fe(OH)]^{2+}$, $[Fe(OH)_2]^{+}$, $[Fe_2(OH)_2]^{4+}$, dunkler. Daraus wird geschlossen, daß bevorzugt solche Hydroxidionen vom Papier aufgenommen werden. Die adsorbierte Menge steigt ebenfalls mit der Konzentration der Lösungen logarithmisch und zwar bei 1 bis $10 \cdot 10^{-4}$ m Lösungen von 0,2 μg Fe/g Papier auf über 3 μg. Fremdelektrolyte haben weniger Einfluß als bei den 2wertigen Metallen.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **4**, 481—484 (1960). Newcastle College, Univ. New South Wales, Tighe's Hill (Australien). — [2] J. Chromatogr. (Amsterdam) **4**, 485—488 (1960). G. DENK

Über den Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten von Palladium(II), Platin(IV), Gold(I), Rhodium(III), Ruthenium(III), Osmium, Wismut, Antimon(III), Rhenium(IV), Technetium(IV), Quecksilber(II), Blei, Kupfer, Polonium(IV) und *Tellur(IV)* bei Verwendung von Salzsäure oder Salzsäure-Butanolmischungen als Laufmittel berichtet M. LEDERER[1]. In allen Fällen werden kleinere R_f-Werte beobachtet als bei den entsprechenden Versuchen ohne den

Komplexbildner. Der Einfluß des Komplexbildners nimmt mit steigender Salzsäurekonzentration ab, mit steigender Beständigkeit der Thioharnstoff-Metallkomplexe zu.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **4**, 414—418 (1960). Inst. Radium, Lab. Curie, Paris (Frankreich). H. HARTKAMP

Als Stabofen bezeichnet H. REIMERS[1] eine von ihm konstruierte Vorrichtung, die es in einfacher Weise gestattet, Chromatogrammflecke auf eine kleine Fläche zu konzentrieren und damit die Empfindlichkeit papierchromatographischer Reaktionen bis um den Faktor 10^2 zu steigern. Der Stabofen (Abb. 1) besteht aus zwei im Querschnitt halbkreisförmigen Heizstäben (*A*) aus Kupfer, die stufenlos regelbar geheizt werden können. Die Heizstäbe sind durch 2 Imbusschrauben (*B*) zusammengehalten. Durch die Federn (*C*) wird erreicht, daß sich die Stäbe beim Öffnen der

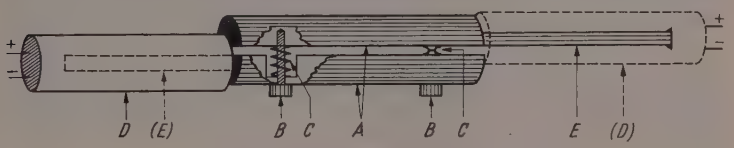

Abb. 1. Stabofen nach H. REIMERS

Schrauben auseinander bewegen, so daß dazwischen befindliche Papierstreifen leicht entfernt werden können. Die Heizung erfolgt durch Lötkolben-Heizelemente (*D*), die über die in der Verlängerung der Heizstäbe angebrachten runden Wärmeleitstäbe (*E*) geschoben werden. Zur Konzentrierung eines Substanzfleckens schneidet man aus dem Chromatogramm einen Streifen so aus, daß sich der Fleck am Ende des Streifens befindet. Man schneidet nun den Streifen in der Mitte keilförmig zu und bringt den schmalen Bereich des Papierstreifens zwischen die Stäbe des Heizofens, die man auf eine Temperatur vorgeheizt hat, die zweckmäßig 5—10° C über dem Siedepunkt des Lösungsmittels liegt. Man taucht das untere Ende des Streifens in die Elutionsflüssigkeit, die in die beheizte Zone aufsteigt und dort verdampft. Aus dem runden Fleck wird ein waagrechter Strich, der um so kürzer ist, je schmaler der Chromatographierstreifen zugeschnitten worden ist. Die ganze Operation ist meist nach etwa 30 min beendet. Eine weitere Mitteilung von H. REIMERS[2] betrifft die Anwendung des Stabofens zur Übertragung einer Substanz oder eines Substanzgemisches von einem Chromatogramm auf den Startpunkt eines anderen, wobei ähnlich verfahren wird wie bei der Ringofenmethode von H. WEISZ[4]. Eine 3. Mitteilung von H. REIMERS[3] behandelt die Anwendung des Stabofens zur qualitativen Analyse durch Extraktion auf Papier, wobei sich gewisse Vorteile gegenüber dem Ringofen von WEISZ[4] ergeben.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1961**, 140—144. Privatlabor H. REIMERS, Köln-Weidenpesch, Monheimerstr. 26. — [2] Mikrochim. Acta (Wien) **1961**, 145—148. — [3] Mikrochim. Acta (Wien) **1961**, 149—153. — [4] Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 667; vgl. diese Z. **155**, 43 (1957). A. KURTENACKER

Ein modifiziertes chromatographisches Verfahren zur Trennung und Identifizierung sehr kleiner Metallmengen in kleinen Lösungsvolumina (0,02 ml) wird von J. MAHON und A. A. BENEDETTI-PICHLER[1] angegeben. Als Chromatogrammträger dient ein gewöhnlicher, senkrecht in einem Reagensglas hängender Baumwollfaden, dessen unteres, mit einer Glaskugel beschwertes Ende in die Proben-

lösung taucht. Beim Aufsteigen der Probenlösung werden die Komponenten getrennt. Als Beispiele werden die Trennung von *Eisen(III)-*, *Kobalt(II)-* und *Zink(II)-rhodanid* aus Ätherextrakten sowie von *Nickel(II)-* und *Kupfer(II)-pyridinrhodanid* aus Chloroformextrakten beschrieben.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1960**, 831—835. Brooklyn Coll., N. Y. (USA).
H. Hartkamp

Die Trennung von Metallen durch Adsorption an Anionenaustauschern untersucht B. Trémillon[1] bei *Zink-*, *Cadmium-* und *Quecksilberchlorid*, die in Lösung *Chlorokomplexe* bilden können. Als Austauscher wird die Chloridform von Dowex 2 X 10 (50—100 mesh) verwendet. Die Lösungen hatten den p_H-Wert 3 und waren bis zu 0,2 m an Metallchlorid und gegebenenfalls auch an NaCl. Am leichtesten wird Quecksilber aufgenommen und zwar als $HgCl_2$, am besten aus NaCl-freier Lösung. Es findet dabei mit den Chlorionen des Austauschers die Bildung von Chlorokomplexen statt. Cadmium wird fast vollständig als $[CdCl_4]^{2-}$-Ion festgehalten und Zink, welches am wenigsten adsorbiert wird, als $[ZnCl_4]^{2-}$ und $[ZnCl_3]^-$. Wird ein Wasser-Acetongemisch als Lösungsmittel verwendet, so verschiebt sich das Gleichgewicht mehr zum Tetrachlorokomplex. Allgemein ergibt sich, daß die Metalle um so besser vom Harz adsorbiert werden, je beständiger ihre Chlorokomplexe sind. So werden Fe^{3+}- und Cu^{2+}-Ionen so gut wie nicht aufgenommen. Bei Zink und Cadmium steigt die adsorbierte Menge zunächst mit der NaCl-Konzentration, erreicht aber aus 0,2 m Metallsalzlösung einen Grenzwert, der für Cd bei etwa 1,6 Millimol/g Harz liegt.

[1] Bull. Soc. chim. France **1961**, 275—281. Lab. Chim. Anal., École Phys. Chim., Paris (Frankreich). G. Denk

Die Trennung von Zink und Cadmium durch den Anionenaustauscher Dowex 2 X 10 zeigt B. Trémillon[1] im Anschluß an die vorhergehende Arbeit. Da der Cadmiumchlorokomplex stärker adsorbiert wird, tritt eine Anreicherung von Cadmium am Kopf der Säule ein. Die Entwicklung kann mit 0,2 m NaCl-Lösung oder auch mit einer Lösung, die NaCl + $CuCl_2$ oder $FeCl_3$ enthält, vorgenommen werden.

[1] Bull. Soc. chim. France **1961**, 281—286. G. Denk

Die Trennung von Zirkonium und Hafnium führen B. Trémillon, C. Cornet, M. Thibault und J. Huré[1] am Anionenaustauscher Dowex 2 X 8 aus schwefelsaurer Lösung durch, wobei die beiden Elemente als Sulfatokomplexe gebunden werden, Zr aber stärker als Hf. Das Harz wird durch 2 m Schwefelsäure in die Hydrogensulfatform überführt. Die verwendeten Lösungen waren etwa 0,2 m an Zr + Hf und enthielten 86% Zr und 14% Hf. Die beste Trennung wird aus einer Lösung erhalten, die 0,7 m an Schwefelsäure und 1,5 m an Na_2SO_4 ist. Nach dem Aufgeben der Lösung auf die 1 m lange Säule wird mit einer schwefelsauren Zirkoniumsulfatlösung, die etwa 1,5 m an Schwefelsäure und 0,15 m an Zirkoniumsulfat ist, entwickelt und das Hafnium ausgewaschen. Das Verfahren ist weniger für analytische Zwecke, sondern mehr für die präparative Darstellung von hafniumfreiem Zirkonium geeignet.

[1] Bull. Soc. chim. France **1961**, 286—294. G. Denk

Verwendung der Graphitelektrode bei voltammetrischen und chronopotentiometrischen Messungen. P. J. Elving und D. L. Smith[1] geben im Anschluß an frühere Untersuchungen[2] an, daß eine verbesserte Graphitelektrode in folgender Weise hergestellt werden kann. Ein Graphitstab mittlerer Dichte (für spektroskopische Zwecke) wird zunächst mit Ceresin-Wachs im Schmelzfluß im Vakuum von

5—10 mm 15 min imprägniert. Nach Druckentlastung für 1 min wird immer von neuem 3 min evakuiert (4—5mal), bis keine Gasblasen mehr aufsteigen. Die warm abgewischte Elektrode wird dann nach Erkalten mit Seal-All-Zement (Allen Products Corp.) bedeckt. Vor dem Versuch wird die Bodenfläche nach J. B. Morris und J. M. Schempf[3] geschmirgelt, die Fläche mit Preßluft gereinigt und etwa 1 min in 0,003%ige Lösung von Triton X-100 getaucht, so daß sie bei Eintauchen in die Testlösung voll benetzt wird. Die letzte Maßnahme erweist sich bei Untersuchungen an den Systemen Hexacyanoferrat(III)-Hexacyanoferrat(II), Chinon-Hydrochinon sowie an Adenin, Ascorbinsäure, Sulfanilamid und Tetraphenylborat als für die Reproduzierbarkeit besonders wichtig und vorteilhaft. Tritt bei der Messung keinerlei Filmbildung auf, dann kann die Graphitelektrode mit gutem Erfolg auch ohne neues Schmirgeln mehrfach verwendet werden. Die Reproduzierbarkeit der Messungen liegt bei 1—2%, wenn mit einer Geschwindigkeit von 5 cm/min registriert wird. Chronopotentiometrische Übergangszeitkonstanten ($i\,\tau^{1/2}/C$) in 10^{-3} bis 10^{-4} m Lösungen sind auf $\pm 3\%$ konstant. Die Ergebnisse bei automatisch registrierender Voltammetrie sind so gut, daß sie der Chronopotentiometrie vorzuziehen sind.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1849—1854 (1960). Univ. Ann Arbor, Mich., (USA). — [2] Elving, P. J., u. A. F. Krivis: Analyt. Chemistry **30**, 1645, 1648 (1958); vgl. diese Z. **169**, 47, 432 (1959). — [3] Analyt. Chemistry **31**, 286 (1959); vgl. diese Z. **172**, 49 (1960). K. Cruse

Polarographie. *Über den Einsatz oscillographischer Polarographie für die industrielle Produktionskontrolle von Lösungen* berichtet Ya. P. Gochstein[1]. Die kurzzeitige Aufzeichnung der Stromdichte — Potentialkurven liefert reproduzierbare Meßergebnisse. Da die Kurven in der Mehrzahl der Fälle keine Maxima zeigen, erweist sich der Zusatz oberflächenaktiver Substanzen zur Untersuchungslösung als unnötig. Die oscillographische Polarographie mit dem als Kathode dienenden Bodenquecksilber erlaubt bisweilen die Erfassung so geringer Konzentrationen wie 10^{-5} Mol/l. Verf. hat festgestellt, daß gelöster Sauerstoff die Stromdichte-Potentialkurven nicht verfälscht, und hat reproduzierbare Ergebnisse ohne Entfernung des Sauerstoffs aus der Untersuchungslösung erhalten. Dies erwies sich für die automatische *Kontrolle technologischer Arbeitsprozesse* als wichtig, wo die Entfernung des Sauerstoffs aus den Lösungen nicht oder nur schwer durchführbar ist. Die Untersuchungen wurden mit dem oscillographischen Polarographen Geochi vorgenommen. Für Nb^{V} und Ti^{IV} diente 23 n Schwefelsäure, für Pb^{2+}, Cd^{2+} und In^{3+} 1 n Salzsäure, für *Uran* 1 n Salpetersäure als Trägerelektrolyt.

[1] Ž. anal. Chim. **15**, 541—549 (1960) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Vernadski-Inst. f. analytische und Geochemie, Akad. Wiss. Moskau (UdSSR). S. Eckhard

Coulometrie mit der Kohlenstoff-Ruß-Elektrode. J. D. Voorhies und S. M. Davis[1] beschreiben eine neue Methode zur *Bestimmung organischer, in Elektrolytlösungen unlöslicher, aber elektrolytisch reduzierbarer Substanzen durch Coulometrie* bei konstantem Strom an einer *Acetylenruß-Elektrode*. Entgegen der nur unvollkommenen Reduktion von mit Ruß gemischter organischer Substanz[2] wird nämlich quantitative Reduktion erreicht, wenn nur geringe Substanzmengen durch Adsorption angelagert und anschließend elektrolytisch reduziert werden. Gearbeitet wird mit bis zu 2 mA an der in Abb. 1 wiedergegebenen Ruß-Elektrode, durch welche die Probelösung zur Adsorption der zu bestimmenden Substanz abgenutscht wird. Anschließend wird mit Elektrolytlösung (33% $ZnCl_2$, 20% NH_4Cl, 47% Wasser) überschichtet und die Elektrode in die Elektrolysierzelle eingesetzt. Die für den Nachweis geringer Substanzmengen sehr geeignete Methode wird an der Bestimmung

von *Anthrachinon*, *4-Nitropyridin-1-oxid*, von *Eisen(III)* und von *Kupfer(II)* (beide Kationen in 1 m KNO_3-Lösung) geprüft. Bei Probemengen bis zu 2 mg wird eine Genauigkeit von unter $\pm 2\%$ erreicht. Eine Sauerstoffadsorption bleibt ohne Einfluß. Auch Oxydationen lassen sich ausführen. Das Eisen(III)-Eisen(II)-System erweist sich hierbei jedoch als nicht völlig reversibel. Voraussetzung zu guten Ergebnissen ist natürlich vollständige Adsorption der Probesubstanz, deren Menge daher der Rußmenge anzupassen ist. Die Versuchsergebnisse werden auch in dieser Hinsicht diskutiert.

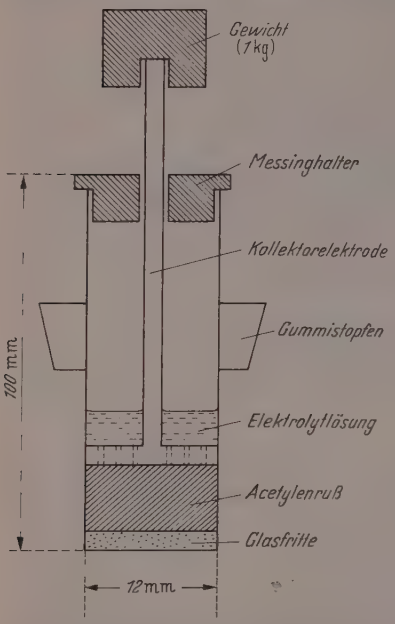

Abb. 1. Ruß-Elektrode nach VOORHIES u. DAVIES

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1855 bis 1857 (1960). Org. Chem. Div., American Cyanamid Co., Bound Brook, N. J. (USA). — [2] GLICKSMAN, R., u. C. K. MOREHOUSE: J. electrochem. Soc. **105**, 299 (1958). K. CRUSE

Massenspektrometrie. *Flüssigkeits-Dosiervorrichtung für das Massenspektrometer.* N. R. MUMBACH[1] hat mit gutem Erfolg eine *Ganzmetall-Dosiervorrichtung für das Massenspektrometer* erprobt, die sich im Gegensatz zu den bekannten herkömmlichen Systemen sowohl für hochsiedende Substanzen als auch für reaktionsfreudige und feuchtigkeitsempfindliche Proben eignet. Vor allem an *Alkoholen* und *Chlorsilanen* ausprobiert, ist die Dosierung — an der Peakhöhe gemessen — auf $\pm 1{,}5\%$ reproduzierbar. Zeichnung und technische Einzelheiten des Ventilblocks sind aufgeführt.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 318—319 (1961). Res. Lab., Linde Co., Div. of Union Carbide Corp., Tonawanda, N. Y. (USA). F. AULINGER

Direkte Messung des Gesamtionenstromes im Massenspektrometer. H. E. LUMPKIN und J. O. BEAUXIS[1] benutzen den instrumentell gemessenen Gesamtionenstrom (ΣI) im Massenspektrometer (Modell CEC 21—103 C) als *Maß für die in die Ionenquelle eingeführte Probenmenge.* Da es apparativ nicht schwierig ist, den Gesamtionenstrom zwischen Anode und Ion-Repeller (0,01—0,1 μA) zu registrieren, ohne die analytischen Eigenschaften des Gerätes zu beeinträchtigen, hat diese Methode zur Messung der Substanzmenge gegenüber den herkömmlichen Verfahren (Mikropipette mit konstantem Volumen, Mikromanometer) den Vorteil, daß hochsiedende Verbindungen unabhängig von den Einführungsbedingungen gut reproduzierbar analysiert werden können. Meßwerte an *Triisopropylbenzol*, *Phenanthren* sowie an einer *synthetischen Mischung aus Aromaten* werden tabellarisch wiedergegeben und diskutiert.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1815—1818 (1960). Humble Oil & Refining Co., Baytown, Tex. (USA). F. AULINGER

Untersuchungen über die photometrische Titration schwacher Säuren im nichtwäßrigen Medium führten L. E. I. HUMMELSTEDT und D. N. HUME[1] durch. Die Säuren, meist Phenole, wurden in Isopropanol gelöst und mit einer Lösung von Tetra-n-butylammoniumhydroxid in Isopropanol titriert. In günstigen Fällen konnten bis zu 4 Komponenten nebeneinander erfaßt werden, wenn die Wellenlänge während der Titration verändert wurde. Die Verff. empfehlen die Methode vor allem für Routineuntersuchungen von Gemischen bekannter Zusammensetzung. Die optimale Konzentration liegt bei $3 \cdot 10^{-3}$ Mol. Die durchschnittliche Abweichung bei mehreren Titrationen wird mit 1,15% (für Pentachlorphenol) bzw. etwa 2% (für schwächere Phenole) angegeben. Die verwendete Apparatur wurde bereits in einer früheren Arbeit[2] beschrieben. Im vorliegenden Fall muß die Probe während der Titration durch eine Stickstoffschicht vor dem Kohlendioxidgehalt der Luft geschützt werden. — Im Laufe der Untersuchungen wurden in Übereinstimmung mit Arbeiten von R. H. CUNDIFF und P. C. MARKUNAS[3] in der Titrierlösung mit großer Wahrscheinlichkeit Verunreinigungen von Carbonat festgestellt. Eine Reinigung durch Anionenaustauscher wird deshalb empfohlen. Im Anschluß an das Auftreten von nichtlinearen Titrationskurven wurde die Möglichkeit der Komplexbildung zwischen Phenolen und Phenolationen eingehend untersucht und auf die größere Empfindlichkeit der photometrischen Methode im Gegensatz zur potentiometrischen[4] und konduktometrischen[5,6] hingewiesen.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1792—1797 (1960). Dep. Chem., Lab. Nuclear Sci., Inst. Technol., Cambridge, Mass. (USA). — [2] HUMMELSTEDT, L. E. I., u. D. N. HUME: Analyt. Chemistry **32**, 576 (1960); vgl. diese Z. **179**, 118 (1961). — [3] Analyt. Chemistry **30**, 1450 (1958); vgl. dicse Z. **168**, 123 (1959). — [4] VAN DER HEIJDE, H. B.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 392 (1957); vgl. diese Z. **160**, 135 (1958). — [5] BRUSS, D. B., u. G. A. HARLOW: Analyt. Chemistry **30**, 1836 (1958); vgl. diese Z. **169**, 383 (1959). — [6] HARLOW, G. A., u. D. B. BRUSS: Analyt. Chemistry **30**, 1833 (1958); vgl. diese Z. **169**, 384 (1959). H. GARSCHAGEN

Einen ausführlichen Bericht über ein Verfahren zur multiplikativen Extraktion nach dem Prinzip der Craig-Verteilung gibt P. HIETALA[1]. Er entwickelt in Anlehnung an die von F. WEYGAND, A. WACKER und H. DELLWEG[2] angegebene eine neue Apparatur, die besonders zur Untersuchung von biologischem Material geeignet ist. Nach Versuchen an synthetischen Gemischen wird die Brauchbarkeit der vorgeschlagenen Anordnung an praktischen Beispielen (hauptsächlich Pflanzenmaterial) erprobt. Die Theorie der multiplikativen Verteilung wird unter Benutzung der einschlägigen Literatur (105 Literaturzitate) eingehend behandelt. — Man vergleiche dazu auch die ausführliche Arbeit von E. HECKER[3].

[1] Suomalaisen Tiedeakatemian Toimituksia (Ann. Acad. Sci. fennicae) Sarja A II. **100**, 1—69 (1960), Sonderheft. — [2] Z. Naturforsch. **6b**, 130 (1951). — [3] Diese Z. **181**, 284 (1961). MARGOT ZIMMERMANN

Das thermische Verhalten einiger Oxide und Nitrate (Cs, Sr, Ce, Zr, Ru) bis zu 1500°C untersuchten P. F. CAMPBELL, M. H. ORTNER und C. J. ANDERSON[1] durch die Differentialthermoanalyse und die thermogravimetrische Analyse. Bei den ausgewählten Verbindungen handelt es sich um Produkte, die bei Kernspaltungsprozessen auftreten können. Die Erhitzungskurven werden mit den üblichen Apparaturen aufgenommen, die aber für diese hohen Temperaturen etwas abgeändert werden. — Ergebnis der Versuche: Bei $CsNO_3$ wandelt sich zwischen 150 und 200° C die hexagonale in die kubische Form um, zwischen 425 und 440° C schmilzt die Substanz und von 710—970° C findet Zersetzung statt. Bei *Mischungen aus* $CsNO_3$ *und* Al_2O_3 erfolgt die Zersetzung im Temperaturgebiet von 700—940° C; dabei bildet sich eine bisher nicht identifizierte beständige Verbindung, die von

1100—1525° C langsam weiter zerfällt. $Sr(NO_3)_2$ gibt zwischen 355 und 555° C restliches Wasser ab und zersetzt sich von 600—745° C. — Nach der stufenweisen Entwässerung und Zersetzung von $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ bei 140, 270 und 350° C tritt bis 1500° C keine Änderung mehr ein. — $ZrO(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$ entwässert zwischen 60 und 450° C. Der Rückstand bleibt dann bis 1500° C unverändert. — RuO_2 zeigt bei 185° C eine unbekannte endotherme Reaktion. Von 1025—1400° C wird ein geringer, ab 1400° C ein stärkerer Gewichtsverlust beobachtet, der auf die Bildung von flüchtigem RuO_4 zurückgeht. Zwischen 1450 und 1500° C findet Umwandlung von metallischem γ-Ru in δ-Ru statt.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 58—61 (1961). Vitro Labs., Div. of Vitro Corp. of America, West Orange, N. J. (USA). G. Denk

II. Analyse anorganischer Stoffe

Zur Bestimmung von mg-Mengen Kupfer in Gegenwart von Eisen empfiehlt A. Hulanicki[1] eine potentiometrische Titration mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat. 0,3—6 mg Kupfer in 100 ml Probelösung können auf $\pm 0{,}5\%$ und mit einem Fehler, kleiner als 0,033 mg, bestimmt werden. Bei Anwesenheit von mehr als der 25fachen Menge Eisen(III) erhält man etwas zu hohe Werte. Aluminium stört in 100fachem Überschuß nicht, sofern durch die Anwesenheit von genügend Sulfosalicylsäure die Fällung von Hydroxid verhindert wird. Cd, Zn, Pb, Ni, Co, Ag, Hg^I und Mn stören. Als Indicatorelektrode dient eine Silbercarbaminat-Silberelektrode. — *Durchführung.* Die 1,2—6 mg Kupfer enthaltende Lösung wird mit 5 ml Sulfosalicylatlösung (20%ige Sulfosalicylsäurelösung mit Ammoniak auf p_H 9 eingestellt) und 10 ml 2,0 n Ammoniak-Ammoniumchloridpufferlösung p_H 9 versetzt, auf 100 ml aufgefüllt und mit 0,01 n Natriumdiäthyldithiocarbaminatlösung titriert. Der Äquivalenzpunkt entspricht dem Wendepunkt der Kurve bei -150 mV gegen die gesätt. Kalomelelektrode. Die Silberelektrode soll vor der ersten Titration in Carbaminatlösung formiert werden. Nach jeder Titration badet man sie 1—2 min in 5%iger Kaliumcyanidlösung. Bestimmung von Kupfer(I) und Gesamt-Kupfer in Kupfer(I)-chlorid: 100 mg Probe werden in 50 ml 2 n Natriumchloridlösung, die 15 ml 0,1 n Eisen(III)-chloridlösung enthalten, gelöst und auf 100 ml verdünnt. 20 ml dieser Lösung werden mit 17 ml 6 n Schwefelsäure versetzt und auf 100 ml verdünnt. Der Kupfer(I)-gehalt wird mit Cer(IV)-sulfat und Ferroin als Indicator bestimmt. Der Gesamtkupfergehalt wird nach Oxydation mit konz. Salpetersäure in 3 ml-Anteilen wie oben bestimmt.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 881—887 (1960). Abt. anorg. Chem., Univ. Warschau (Polen). L. J. Ottendorfer

Erdalkalien. *Papiere, die mit Zirkoniummolybdat bzw. Zirkoniumphosphat imprägniert sind,* eignen sich nach J. M. Peixoto-Cabral[1] zur *chromatographischen Trennung von Calcium, Strontium und Barium* (Laufmittel 0,9 n Ammoniumchloridlösung) bzw. zur *Abtrennung des Caesiums von Calcium, Strontium und Barium* (Laufmittel 0,5 n Salzsäure). Zur *Herstellung der imprägnierten Papiere* (Whatman Nr. 3MM, 28×21 cm) taucht man die Bögen in eine wäßrige Lösung von $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ (20 g Zr/l), nimmt überschüssige Flüssigkeit mit Filtrierpapier (Whatman Nr. 1) weg und läßt die Bögen an der Luft trocknen. Anschließend taucht man sie in 3%ige Phosphorsäure bzw. in eine 10%ige Lösung von $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$, wäscht mit Wasser, trocknet auf Papier ab und läßt an der Luft vollends trocknen.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **4**, 86—87 (1960). Inst. Alta Cultura-C. E. E. N., Centro Quim. (I. S. T.), Lissabon (Portugal). H. Hartkamp

Die thermometrische Titration von Calcium neben Magnesium gelingt nach J. JORDAN und E. J. BILLINGHAM jr.[1] durch rasche Zugabe von Oxalat bei p_H 8. Dabei fällt sofort das Calciumoxalat aus, was sich auf der Temperaturkurve bemerkbar macht, während die Ausfällung von Magnesiumoxalat nur sehr langsam und ohne meßbare Wärmetönung vor sich geht. Bei dem Verfahren, welches zur Analyse von Kalk vorgeschlagen wird, stört die doppelte molare Menge an Mg nicht. Die Fehler betragen etwa 1%. — *Ausführung.* 1—2 g der bei 110° C 1 Std getrockneten Probe löst man in 15 ml 6 n Salzsäure, dampft zur Trockne ein und erhitzt den Rückstand 30 min auf 110° C. Man nimmt mit 25 ml 3 n Salzsäure auf, filtriert, wäscht 5mal mit je 20 ml 1%iger Salzsäure und engt das Filtrat auf 10 ml ein. Nach dem Abkühlen stellt man mit 1 n Natronlauge p_H 4—6 ein und verdünnt mit einem 0,005 m Boratpuffer von p_H 8 auf 500 ml. Wenn sich der Niederschlag von Eisen- und Aluminiumhydroxid abgesetzt hat, nimmt man einen aliquoten Teil ab und titriert mit einer 0,2 m Ammoniumoxalatlösung. Die Anfangstemperaturen aller Lösungen werden auf $\pm$ 0,2° C konstant gehalten. Der Temperaturverlauf wurde mit einem 1 mV-Bristol-Potentiometer automatisch aufgenommen. Mit Lösungen bekannten Gehalts wird eine Eichkurve aufgestellt. Für alle Lösungen wird Leitfähigkeitswasser verwendet.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 120—123 (1961). Dep. of Chem., The Pennsylvania State Univ., University Park, Pa. (USA). G. DENK

Die Trennung von Calcium, Strontium und Barium voneinander und von den Seltenen Erden führt L. WISH[1] mit Ionenaustauschern durch. Die Scheidung beruht auf der verschiedenen Eluierfähigkeit dieser Elemente mit Ammonium-α-hydroxyisobutyrat (I) bei verschiedenen p_H-Werten. Verwendet werden die radioaktiven Isotopen ^{144}Ce, ^{45}Ca, ^{85}Sr und ^{133}Ba, deren Konzentration durch Messung der γ-Strahlung bestimmt wird. Die mit Dowex 50, Vernetzungsgrad 8%, gefüllte Säule hat 0,2 cm² Querschnitt und 6 cm Länge. Die Durchflußgeschwindigkeit wird durch Vakuum geregelt. Eine Anzahl von Metallen muß vorher entfernt werden, z. B. wird Ru als RuO_4 verflüchtigt, Zr, Nb, Mo, V, Np, Te und Pu werden mit Dowex 2 in konz. salzsaurer Lösung, Ag, Cd und Rh in 0,1 n Salzsäure abgetrennt. Die Seltenen Erden wie auch anwesendes Na und Cs werden dann aus dem Kationenaustauscher Dowex 50 mit 0,48 m I-Lösung bei p_H 4,13 eluiert. Ca läßt sich mit 0,8 m I-Lösung bei p_H 4,15 auswaschen, Sr mit 1 m I-Lösung bei p_H 5,0 und Ba mit 2 m I-Lösung bei p_H 6,20.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 53—55 (1961). U.S.Naval Radiol. Defense Lab., San Francisco, Calif. (USA). G. DENK

Die Trennung des Strontiums von Calcium durch selektive Fällung von Strontiumsulfat beschreiben L. BERÁK und J. MÜNICH[1]. Die Methode beruht einerseits auf dem unterschiedlichen Löslichkeitsprodukt der Sulfate, andererseits auf der Tatsache, daß die etwa gleichgroße Stabilität der ÄDTA-Komplexe von Magnesium und Strontium geringer ist als jene von Calcium ($pL_{CaSO_4} = 3{,}66$; $pL_{SrSO_4} = 7{,}55$; $pK_{MgY} = 8{,}69$; $pK_{SrY} = 8{,}63$; $pK_{CaY} = 10{,}96$), so daß das Gleichgewicht $SrY^{2-} + MgSO_4 = MgY^{2-} + SrSO_4$ praktisch quantitativ nach rechts verschoben ist (berechnet log K = 7,61). Die angegebene Methode liefert bei einem Äquivalenzverhältnis der beiden Elemente von 1:1 befriedigende Resultate, während bei Ca:Sr = 9:1 die mitgefällte Calciumsulfatmenge etwa 10% des Strontiumsulfats ausmacht. Bei Analysen unbekannter Gemische muß die erforderliche ÄDTA-Menge und damit die Magnesiummenge durch direkte Titration der Probe ermittelt werden, worauf dann die Trennung vorgenommen werden kann. Der p_H-Wert bei der Fällung soll etwa 8,5 betragen. Bei höherem p_H (etwa 10) ist der Carbonat-

einfluß größer, wodurch Fehlresultate entstehen können. Die *Trennung Barium/Calcium* kann in analoger Weise vorgenommen werden, während das Verfahren für die Abtrennung des Bariums vom Strontium nicht anwendbar ist.

[1] Collect. czechoslov. chem. Commun. **26**, 276—281 (1961). Inst. f. Kernforsch., Akad. Wiss., Prag (ČSSR). L. J. Ottendorfer

Eine vereinfachte Methode zur Bestimmung des ^{90}Sr-Gehaltes in verschiedenen Materialien wird von R. J. Velten und A. S. Goldin[1] angegeben. Das Verfahren beruht auf der bevorzugten Extraktion des Tochterproduktes ^{90}Y mit Tributylphosphat aus stark salpetersaurer Lösung. — *Arbeitsweise.* Die Probe wird zur Einstellung des radioaktiven Gleichgewichtes etwa 2 Wochen lang stehengelassen, dann in 10%iger Salz- oder Salpetersäure gelöst, mit 0,5—1,0 g Ca^{2+} versetzt (falls der in der Probe vorliegende Ca-Gehalt 0,5 g nicht übersteigt) und nach Zugabe eines Überschusses an Oxalsäure in der Siedehitze auf p_H 2,5—3 eingestellt. Am CaC_2O_4-Niederschlag wird Sr zu etwa 95% und das trägerfreie ^{90}Y quantitativ mitgefällt, während die Hauptmenge des Zr und Nb als Oxalatkomplexe in der Lösung verbleiben. Den Niederschlag löst man in 20 ml konz. Salpetersäure, engt die Lösung auf 15 ml ein und überführt sie in einen Scheidetrichter. Mit je 5 ml unverdünntem, vorher mit 14 n Salpetersäure gesätt. Tributylphosphat wird dreimal extrahiert; die vereinigten organischen Phasen werden zur Entfernung von Spuren Zr und Nb dreimal mit je 5 ml 14 n Salpetersäure/1 n Flußsäure und anschließend noch zweimal mit 14 n Salpetersäure gewaschen und dann zur Reextraktion des ^{90}Y dreimal mit je 10 ml 0,1 n Salpetersäure durchgeschüttelt. Der wäßrige Extrakt wird zur Messung auf einem Zählschälchen eingetrocknet und aus der ^{90}Y-Aktivität die gesuchte ^{90}Sr-Aktivität berechnet. Zur Unterscheidung der ^{90}Y- und ^{91}Y-Aktivitäten werden die Abfallkurven der Meßpräparate aufgenommen. — In systematischen Versuchen wurden die Verteilungskoeffizienten einiger Elemente bei der TBP-Extraktion in Abhängigkeit von Salpetersäurekonzentration und Zusätzen an Fremdelementen bestimmt.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 128—131 (1961). U. S. Dept. Health, Educat., Welfare, R. A. Taft Sanitary Engng. Center, Cincinnati, Ohio (USA). K. H. Neeb

Bor. Die *Benzoinmethode zur fluorimetrischen Bestimmung von Bor* ist Gegenstand einer ausführlichen Untersuchung von G. Elliott und J. A. Radley[1]. Der bereits von C. A. Parker und W. J. Barnes[2] beschriebene Einfluß von Sauerstoff wird auch für andere Lösungsmittel wie Formamid, N-Methyl- und N-Dimethylformamid unter Verwendung von i-Propylamin und i-Butylamin als Basen festgestellt. Die aus diesen Komponenten bestehenden Systeme liefern stärkere Fluorescenzerscheinungen als Äthanol und Glycinpuffer (p_H 12,8). Die Intensität der Fluorescenz ist im Bereich von 0,05—0,5 μg Bor linear.

[1] Analyst **86**, 62—69 (1961). Radley Ind. Res. and Develop. Lab., Reading, Berks. (England). — [2] Analyst **82**, 606 (1957); vgl. diese Z. **164**, 346 (1958).
L. J. Ottendorfer

Thorium. *Eine neue Kernplattenmethode zur Bestimmung der Thoriumkonzentration in verschiedenen Stoffen* wird von J. Benisz, J. Koszelski und J. Stoch[1] angegeben. Für die Messung wird die Emulsion von Kernplatten Agfa K-2 (100 μ Dicke) mit der Th-haltigen Lösung gesättigt und nach 6 Tagen entwickelt. Unter dem Mikroskop (Objektiv 110× bzw. 90×, Okular 15×) wird dann die Zahl der zwei-, drei- und vierarmigen Sternchen je Flächeneinheit ausgezählt. Die untere Bestimmungsgrenze liegt bei einer Th-Konzentration von 10^{-6} %; der Bestimmungsfehler beträgt im Konzentrationsbereich zwischen 10^{-2} und 10^{-6} % 0,2—50%. Die

vorgeschlagene Methode kann auch zur Bestimmung von Radium bzw. Uran herangezogen werden.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1961**, 59—64. Anst. f. Kernphysik u. Anst. f. anal. Chem., Pädagog. Hochschule Katowice (Polen). K. H. Neeb

Die Chromatographie von vierwertigem Protactinium in salzsaurer Lösung an den Anionenaustauschern Dowex 1 (100—200 mesh) oder Amberlite IRA-401 (100 mesh) wird von E. Pluchet und R. Muxart[1] untersucht. Im Gegensatz zu Pa^{V} und U^{IV}, aber ähnlich wie Th^{IV}, wird Pa^{IV}, welches durch Reduktion von Pa^{V} mit Cr^{II} erhalten wird, in salzsaurer Lösung von den Anionenaustauschern nicht zurückgehalten. Das vierwertige Protactinium bildet also keine stabilen Chlorokomplexe. Die Versuche wurden in 6—12,6 m Salzsäure durchgeführt. Die Austauscher wurden mit Säure gleicher Konzentration vorbehandelt. Nach dem Aufgeben der Lösung auf die Säule wird mit 6—8 ml Salzsäure gleicher Molarität nachgewaschen, wobei das gesamte Pa^{IV} eluiert wird, während Pa^{V} nur mit einer Lösung, die mindestens 6—7 m an Salzsäure und 0,1 m an Flußsäure ist, ausgewaschen werden kann. Da auch Zr^{IV} stark adsorbiert wird, ist eine Trennung Pa^{IV}—Zr^{IV} möglich. Die Versuche wurden mit dem radioaktiven Isotop ^{233}Pa durchgeführt, dessen Konzentration durch Messung der β-Strahlung ermittelt wurde.

[1] Bull. Soc. chim. France **1961**, 372—373. Inst. Radium, Lab. d'Arcueil (Frankreich). G. Denk

Uran. J. C. McCue, L. L. Bird, C. A. Ziegler und J. J. O'Connor[1] bestimmen Uran in Nitratlösungen, die bei der Aufarbeitung von Brennelementen von Kernreaktoren anfallen, neben vielen anderen Elementen mit kleiner Ordnungszahl durch eine *Röntgenstrahlen-Rayleigh-Streumethode*, die bereits früher von C. A. Ziegler, L. L. Bird und D. J. Chleck[2] beschrieben worden ist. Die Genauigkeit des Verfahrens beträgt $\pm 0{,}7\%$.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 41—43 (1961). Tracerlab. Inc., Waltham, Mass. (USA). — [2] Analyt. Chemistry **31**, 1794 (1959); vgl. diese Z. **176**, 124 (1960).
Klaus Brodersen

Milligramm-Mengen Plutonium lassen sich *neben größeren Mengen Eisen und Uran* nach einer *coulometrischen* Methode von W. D. Shults[1] bestimmen. Man oxydiert zunächst zu Pu^{6+}, entwickelt elektrolytisch Eisen(II) im Überschuß, das das Pu^{6+} in saurer Lösung zu Pu^{4+} reduziert, und titriert den Eisen(II)-Überschuß coulometrisch bei kontrolliertem Potential. Bekannte Mengen Pu wurden auf $\pm 0{,}2\%$ wiedergefunden. Uran und Eisen sind bis zur 10fachen Menge des Pu-Gehaltes ohne Einfluß. — *Arbeitsweise.* Die 10—50 mg Plutonium enthaltende Probe wird in einem 30 ml-Borosilicat-Becherglas mit 1 ml konz. Perchlorsäure und 2 Tr. konz. Salpetersäure versetzt. Man dampft ein, bis weiße Nebel entstehen, fügt 2 ml konz. Perchlorsäure zu, erhitzt 10—15 min lang weiter, läßt 1 min lang abkühlen und füllt in einem 10 ml-Borosilicatglas-Meßkolben mit 1 m Salz- oder Schwefelsäure zur Marke auf. — Während der oben beschriebenen Oxydation zum Pu^{6+} bereitet man den Elektrolyten wie folgt vor: Man gibt 13—14 ml 1 m Schwefelsäure und 0,5 ml eingestellter Eisenlösung (5 mg/ml) in die Elektrolysezelle, entlüftet mit CO_2 und oxydiert elektrolytisch bei +0,660 Volt gegen die Standard-Kalomel-Elektrode, bis ein Stromfluß von 50 μA erreicht wird. (Bei Verwendung von 1 m Perchlorsäure wird ein Potential von +0,900 Volt eingestellt.) — In die so vorbehandelte Lösung gibt man 1 ml der Plutonium(VI)-lösung (siehe oben), reduziert elektrolytisch bei +0,270 Volt gegen die Standard-Kalomel-Elektrode

(+ 0,290 Volt bei Verwendung von 1 m Perchlorsäure), bis 10—20 μval Eisen(II) im Überschuß entwickelt wurden, und liest nach Abschalten der Elektrolyse den Potentialwert „QR" ab. Jetzt wird wieder elektrolytisch bei + 0,660 Volt gegen die Standard-Kalomel-Elektrode oxydiert (+ 0,900 Volt, wenn Perchlorsäure verwendet wurde), bis der Stromfluß wieder auf 50 μA fällt. Nach Abschalten der Elektrolyse liest man jetzt das Potential „Qo" ab. Der Plutoniumgehalt der ursprünglichen 10 ml-Probe in Milligramm errechnet sich dann nach: 10,14 (QR — Qo) · 10.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 15—18 (1961). Analyt. Chem. Div., Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA). KLAUS BRODERSEN

Die Abtrennung von Zinn durch Extraktion des Zinn(IV)-jodides mit Benzol beschreiben D. D. GILBERT und E. B. SANDELL[1]. Die Probelösung darf 1—50 μg Sn^{4+} enthalten. In Anwesenheit von Chlorid oder Fluorid wird mit einem geringen Überschuß Schwefelsäure abgeraucht. Die Konzentration an Schwefelsäure in der zur Extraktion vorbereiteten Lösung soll nicht mehr als 0,5 m betragen. Die Lösung wird 1,5 m an Perchlorsäure, 0,5 m an Natriumjodid und 3 m an Natriumperchlorat gemacht. Das Volumen soll 15—30 ml betragen. Man extrahiert 1 min mit 5 ml Benzol, wäscht den Extrakt mit 5 ml einer Lösung, die 1,5 m an Perchlorsäure, 0,5 m an Natriumjodid und 3 m an Natriumperchlorat ist, und verwirft die Waschlösung. Zur Rückführung in die wäßrige Phase schüttelt man 2 min mit 5 ml 0,25 m Schwefelsäure, läßt beide Phasen in ein Becherglas ab, wäscht mit 1 ml Wasser nach und läßt das Benzol am Wasserbad abdampfen. Sind *10—50 μg Zinn* anwesend, so wird die Lösung in einen 50 ml-Meßkolben gebracht und mit 30 ml Pufferlösung p_H 2,6 (10 g Kaliumhydrogenphthalat + 35 ml 1,00 n Salzsäure auf 2 l verdünnt), 1 ml 1%ige Gummi arabicum-Lösung und 10 ml 0,01%iger Phenylfluoronlösung (siehe unten) versetzt. Nach 5 min mißt man in einer 1 cm-Küvette bei 510 nm gegen Wasser. Sind weniger als 10 μg Zinn vorhanden, so verwendet man einen 25 ml-Meßkolben, 10 ml Pufferlösung, 1 ml Gummi arabicum-Lösung und 5 ml Phenylfluoronlösung. — Die Eichkurven werden einerseits aus Lösungen mit 0, 10, 20, 30 und 40 μg Zinn, andererseits mit 0, 2, 4, 7 und 10 μg Zinn ermittelt. Ist Antimon anwesend, so wird die Natriumjodidkonzentration auf 2,5 m erhöht. In Gegenwart von Fe^{3+} und anderen oxydierenden Substanzen, die Jod in Freiheit setzen können, muß das Jod bis auf einen bei der Bestimmung nicht mehr störenden, geringen Rest durch Zusatz von Natriumsulfit entfernt werden. Germanium und Arsen werden mitextrahiert, ohne jedoch die Resultate wesentlich zu beeinflussen. 2 μg Zinn können neben 100 mg Eisen bestimmt werden. — *Phenylfluoronlösung.* Man löst 10 mg 2,3,7-Trihydroxy-9-phenyl-fluoron-6 in 10 ml Äthanol oder Methanol sowie 1 ml Salzsäure (1:9) und verdünnt auf 100 ml mit Alkohol.

[1] Microchemic. J. **4**, 491—500 (1960). Univ. of Minnesota, Minneapolis, Minn. (USA). L. J. OTTENDORFER

Die Verwendung von Xylenolorange als Metallindicator bei der komplexometrischen Titration von Zirkonium empfehlen A. E. KLYGIN und N. S. KOLJADA[1]. In 0,1—0,6 n schwefelsaurer Lösung schlägt die Indicatorfarbe im Äquivalenzpunkt von Himbeerrot nach Gelb um. Die Titration wird nicht gestört durch Metalle, welche mit ÄDTA Komplexe mit $pK < 25$ bilden, wenn diese in Mengen von weniger als 10 mg (neben 2—20 mg Zirkonium) vorliegen. Liegt der pK-Wert unter 17, so stören diese Metalle auch in größeren Mengen nicht. Chloride, Nitrate, Vanadate, Molybdate und Sulfate stören nicht, während Phosphate, Oxalate und Fluoride mit dem Zirkonium reagieren und Wismut mit dem Indicator einen Farb-

komplex bildet. — *Arbeitsvorschrift.* Zirkonium-Aluminiumlegierungen werden in HCl/H_2O_2 gelöst, Zirkonium-Uranlegierungen durch eine Bisulfatschmelze bei 600° bis 800° C. Die auf einem dieser Wege erhaltene Lösung oder ein aliquoter Teil derselben, welcher 2—20 mg Zr enthält, wird mit 50 ml 1 n Schwefelsäure und 1,5 g Natriumsulfat versetzt. Man erhitzt 10 min zum Sieden, versetzt mit 80 ml Wasser und läßt die Lösung erneut sieden. In die heiße Lösung gibt man 1 ml einer 0,05%igen Xylenolorangelösung und titriert in der Hitze mit einer 0,02 m ÄDTA-Lösung bis zum Indicatorumschlag. Die nach dieser Arbeitsweise erhaltenen Analysenwerte zeigen im Bereich von 1,5—15,6 mg Zirkonium einen mittleren Fehler von etwa 0,03 mg.

[1] Zavodskaja Laborat. **27**, 23—24 (1961) [Russisch]. H. WUNDERLICH

Eine nephelometrische Mikromethode zur Bestimmung von Hydrazin mit Selendioxid beschreibt M. R. F. ASHWORTH[1]. Es können Gehalte bis zu 10^{-4} m mit einer Genauigkeit von 5% erfaßt werden. Das nach der Gleichung: $SeO_2 + N_2H_4 = N_2 + 2H_2O +$ Se gebildete Selen wird mit einem Photometer mit Ilford-Filter 624 (520 nm) bestimmt. Folgende Zusammensetzung der Untersuchungslösung wird empfohlen: $2 \cdot 10^{-3}$ m an Selendioxid, 5—7 n an Schwefelsäure oder 3,6 n an Essigsäure (im Original 60% Essigsäure = 3,6 n?, d. Ref.) und 0,2% Polyvinylpyrrolidon (elektrolytfrei, Kollidon 25, BASF) als Stabilisator. Die Lösung wird 4 min (Essigsäure) bzw. 8 min (Schwefelsäure) erhitzt. Eine Tabelle gibt Aufschluß über die mit Ausnahme von t-Butanol geringe Störwirkung verschiedener Alkohole.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1961**, 5— 10. Inst. org. Chem., analyt. Abt., Univ. Saarbrücken. L. J. OTTENDORFER

Eine Methode zur einzelnen und gleichzeitigen Schnellbestimmung der Konzentrationen von Stickstoffwasserstoffsäure und Eisen(III)-ion in salpetersauren Lösungen, die außerdem Hydrazin und Eisen(II)-ion enthalten können, beschreiben E. K. DUKES und R. M. WALLACE[1]. Das Verfahren beruht auf der Absorptionsmessung des Eisen(III)-azidkomplexes (460 nm). Dessen Absorption ist nach der Gleichung $A = K \cdot [Fe^{3+}] \cdot [HN_3]$ (K = von der Acidität abhängiger Parameter) von der Konzentration an H^+-Ionen abhängig; daher ist außerdem noch eine acidimetrische Titration notwendig, um den Wert K ($\log K = 3{,}283 - 1{,}361 - \log [HNO_3]$) berechnen zu können. Liegt nur eine Komponente vor, setzt man eine bekannte Menge der anderen Komponente zu. — *Ausführung.* a) *Nur eine Komponente.* Man versetzt eine 2 ml-Probe mit einer 0,5 m $Fe(NO_3)_3$- bzw. 0,5 m NaN_3-Lösung, verdünnt mit Wasser auf 25 ml und titriert die Salpetersäure mit Natronlauge. Bei Gegenwart von Eisen(III)-ion muß zuerst Oxalat zugesetzt werden. Dann mißt man die Absorption bei 460 nm (23° C). — b) *Beide Komponenten.* Eine 4 ml-Probe wird mit 0,5 m Salpetersäure auf 5 ml verdünnt; dann wird zu einer zweiten gleichen Probe 0,5 m $Fe(NO_3)_3$-Lösung $[Fe^{3+}]$ zugegeben und mit Salpetersäure angesäuert bis der p_H-Wert beider Lösungen gleich ist. Darauf mißt man die Absorptionen (A_0 bzw. A) beider Lösungen; aus einer Titration mit Natronlauge erhält man den Wert für K. Der Wert der Absorption der verdünnten Lösung A_0 liefert, eingesetzt in die Gleichung $[Fe^{3+}]_0 = [Fe^{3+}]_a \cdot \frac{A_0}{A - A_0}$, die Konzentration der Eisen(III)-ionen. Aus der Gleichung $A = K \cdot [Fe^{3+}][HN_3]$ ergibt sich der Wert für HN_3. Die Standardabweichung der Molarität betrug bei a) durchschnittlich 0,0020, bei b) 0,0003—0,0044. Die größte Empfindlichkeit lag bei niedriger HNO_3-Konzentration, aber über 0,1 m HNO_3; bei einer Maximalkonzentration von 0,25 m Fe^{3+} und 0,12 m HN_3 war die Bestimmung von $1{,}1 \cdot 10^{-4}$ m

Fe^{3+} und $2{,}3 \cdot 10^{-4}$ m HN_3 in 1,0 m Salpetersäure möglich. Die Anwesenheit von Perchlor- und Schwefelsäure stört nicht, jedoch muß der entsprechende Parameter K für jede Säure bestimmt werden.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 242—244 (1961) Savannah River Lab., Du Pont de Nemours & Co., Aiken, S.C. (USA). LISELOTT JOHANNSEN

Zur elektrolytischen Abtrennung von Wismut neben geringen Cadmiummengen in tartrathaltigen Lösungen verwendet P. N. KOVALENKO[1] eine amalgamierte Kupferelektrode. In der verbleibenden wismutfreien Lösung läßt sich *Cadmium* dann polarographisch wie üblich bestimmen. *Herstellung der Kupfer-Amalgam-Elektrode.* Eine Kupferspirale (⌀ 1,5 mm, Länge des Drahtes 66 cm) wird mit konz. Salpetersäure gereinigt, mit dest. Wasser abgespült und in das Amalgamierungsbad gesetzt. Dieses besteht aus einer Lösung von 0,3 g Quecksilberchlorid, 3 ml konz. Salpetersäure und 97 ml Wasser. Man elektrolysiert $^3/_4$ Std bei einer Stromstärke von 0,1—0,2 A unter Verwendung einer Platinanode. Die amalgamierte Elektrode wird mit Salzsäure (1:3) und anschließend mit Wasser und Alkohol gewaschen. Man trocknet bei 40—50° C und wägt aus. Die Abscheidung von Wismut an dieser Kathode erfolgt aus 0,3 m Natriumtartratlösung bei p_H 4 und 100° C. Die angelegte Spannung beträgt 1,0 Volt (entsprechend einem Kathodenpotential von —0,025 Volt). Als Anode dient ein Platinnetz. Man erhält so eine helle, feinkristalline, dichte Abscheidung von Wismut auf der Kathode, welche nach 2,5 Std aus der Lösung entfernt und mit Wasser und Alkohol abgespült wird. Nach Wägen der Kathode wird diese in Salpetersäure (1:1) getaucht, bis keine Gasentwicklung mehr stattfindet. Die jetzt wieder wismutfreie Kathode kann nach Waschen und Trocknen wieder verwendet werden. Die mitgeteilten Analysenwerte (100—250 mg Bi, 1,2—10 mg Cd) zeigen eine sehr gute Übereinstimmung mit den theoretischen Werten.

[1] Ukrain. chim. Ž. **27**, 109—113 (1961) [Russisch]. Staatl. Univ. Rostow a. Don (UdSSR). H. WUNDERLICH

Den qualitativen Nachweis von Chromat und Dichromat nebeneinander führt W. F. JONES[1] nach den von F. FEIGL[2] beschriebenen Verfahren. Chromat gibt mit Nickeldimethylglyoxim bei $p_H \geqq 5{,}9$ einen roten Niederschlag, Dichromat macht aus einer Jodid-Jodatlösung Jod frei. 20 μg K_2CrO_4 können noch neben 1000 μg $K_2Cr_2O_7$ und 30 μg $K_2Cr_2O_7$ neben 1000 μg K_2CrO_4 erkannt werden. — *Ausführung. Chromat in Dichromat.* Man dampft 3 Tr. der Probelösung zur Trockne ein, gibt nach dem Abkühlen 2 Tr. Nickeldimethylglyoximlösung (siehe unten) hinzu und läßt 2 min stehen. Bei Anwesenheit von Chromat bildet sich ein roter Niederschlag. Liegen sehr geringe Mengen Chromat vor, so empfiehlt sich ein Vergleichsversuch mit reinem Dichromat. — *Dichromat in Chromat.* Man dampft ebenfalls 3 Tr. der Probelösung zur Trockne ein, gibt 1 Tr. einer frisch bereiteten Lösung von 2,5 g KJ und 2,5 g KJO_3 in 100 ml Wasser und 1 Tr. 1%ige Stärkelösung hinzu und wartet 5 min. Das Auftreten einer Blaufärbung zeigt Dichromat an. Auch hier ist bei sehr geringen Dichromatmengen ein Vergleichsversuch mit reinem Chromat angebracht. — Zur *Darstellung der Nickeldimethylglyoximlösung* versetzt man eine Lösung von 2,3 g Nickelsulfat in 300 ml Wasser mit einer Lösung von 2,8 g Dimethylglyoxim in 300 ml Alkohol und filtriert nach 30 min.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1961**, 88—91. Science Dep., Victoria Inst., Worcester (England). — [2] Spot Tests in Inorganic Analysis, 5. Aufl. 1958. S. 496, 509.
G. DENK

Zur schnellen und sauberen Abtrennung geringer Mangan-Aktivitäten ist nach J. M. MATUSZEK jr. und T. T. SUGIHARA[1] die Extraktion als Tetraphenylarsoniumpermanganat in Nitrobenzol geeignet. Die Verff. ziehen diese für Mangan praktisch

spezifische Reaktion zum *Nachweis und zur Bestimmung der Halbwertszeit des radioaktiven Nuklids* ^{56}Cr heran, bei dessen β-Zerfall ^{56}Mn (Halbwertszeit 2,56 Std) gebildet wird. — *Arbeitsweise.* Zu der salzsauren Lösung der bestrahlten Chromprobe gibt man 1 ml Mn^{II}-Trägerlösung (7,0 mg Mn/ml in 1 n Salzsäure) und oxydiert durch Zusatz von 80 mg fester Perjodsäure zu Permanganat. Mit 30%iger Wasserstoffperoxidlösung wird wieder zu Mn^{II} reduziert und nach Verkochen des gebildeten Jods mit 1 ml Überschuß versetzt, dann wird die Lösung durch Zusatz von NaOH-Plätzchen auf etwa p_H 8 gebracht sowie durch Kochen und Zusatz von Na_2O_2 (30 mg im Überschuß) $MnO_2 \cdot aq$ ausgefällt. Der Niederschlag wird abzentrifugiert, mit Wasser gewaschen und in 20 ml 1 n Salpetersäure, die 20 mg Natriumpyrosulfit enthält, wieder gelöst. Nach Verkochen des Überschusses an Pyrosulfit verdünnt man auf 40 ml, setzt der abgekühlten Lösung 90 mg Natriumwismutat zu und oxydiert durch gelindes Erwärmen zu Mn^{VII}. Nach 5 min wird der Überschuß an Oxydationsmitteln abzentrifugiert und mit 1 n Salpetersäure gewaschen. Die Lösung wird in einen Scheidetrichter übergeführt und nach Zusatz von 110 mg Tetraphenylarsoniumchlorid (gelöst in 5 ml Wasser) mit 100 ml Nitrobenzol durchgeschüttelt. Die organische Phase wird zweimal mit je 25 ml 0,01 n Salpetersäure gewaschen und dann Mn mit 40 ml 6 n Salzsäure, die 1 ml 30%ige Wasserstoffperoxidlösung enthalten, wieder rückextrahiert. Dann werden zur Phasenumkehr genügend Benzol sowie einige Milliliter 95%iges Äthanol zugegeben. Die wäßrige Phase wird abgetrennt und die organische Phase mit 30 ml 6 n Salzsäure gewaschen. Wäßrige Phase und Waschflüssigkeit werden vereinigt, mit wenigen Milligramm Na_2CrO_4 (als Rückhalteträger) versetzt und mit NaOH-Plätzchen auf p_H 8 eingestellt. $MnO_2 \cdot aq$ wird wie oben ausgefällt, abfiltriert, gewaschen und zur Aktivitätsmessung montiert. — Das gesamte Abtrennungsverfahren nimmt etwa 1,5 Std in Anspruch; die chemische Ausbeute beträgt 87 $\pm$ 5%. Der Dekontaminierungsfaktor ist für Tc größer als 10^4, für Re etwa 10^6 und für Spaltproduktgemische $2 \cdot 10^4$; der radiochemische Blindwert der Endpräparate liegt äußerst niedrig, so daß es oft zweckmäßig ist, beim Absaugen der Niederschläge die Luft zuerst über eine Aktivkohle-Trockeneis-Kühlfalle zu dekontaminieren.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 35—36 (1961). Jeppson Chem. Lab., Clark Univ. Worcester, Mass. (USA). K. H. Neeb

Eine Eisenprobe durch automatische Anreicherung an einer kleinen Reagensfläche beschreibt F. L. Hahn[1]. Die Methode beruht auf der Extraktion von Eisen(III)-rhodanid in Äther, in den ein Reagenspapier mit Zinkhexacyanoferrat(II) eintaucht. 4 μg Fe können auf diesem Papier bei einer Grenzkonzentration von 0,06 μg/ml nachgewiesen werden. — *Arbeitsweise. Reinigung des Reagenses.* Durch Zusatz von 0,4 g Kaliumhexacyanoferrat(II) zu 100 ml 25%iger Ammoniumrhodanidlösung, die mit einem Bernsteinsäurepuffer auf p_H 4,2 gebracht ist, wird das im Reagens vorhandene Eisen durch Mitfällung mit 0,5 g Zinksulfat entfernt. — Als *Nachweispapier* wird ein Stück Tüpfelpapier von $^1/_2$—1 cm Kantenlänge verwendet, auf dem je 0,01 ml 1%iger Kaliumhexacyanoferrat- und Zinksulfatlösung aufgetüpfelt wurden. Das Nachweispapier muß immer frisch hergestellt und noch feucht verwendet werden. — Zur *Durchführung der Probe* werden 60 ml der Probelösung in einem 100 ml-Stehkolben mit 10 ml Reagenslösung versetzt und mit Äther überschichtet, so daß der Kolbenhals 2—3 cm gefüllt ist. Der Kolben wird mit einem Korkstopfen verschlossen, der ein Glashäkchen trägt, an dem das Nachweispapier so befestigt ist, daß es ganz in den Äther eintaucht. Nach einer Rührdauer (Magnetrührer) von 0,5—1 Std ist das Papier bei einem Gehalt von 3,6 μg Eisen deutlich blau, bei 1,8 μg bleibt es weiß.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1960**, 675—677. México 12, D. F., Angel Urraza 718—303. L. J. Ottendorfer

Die potentiometrische Titration der Lösungen von Alkalicyanoferraten mit Wismutnitratlösung hat Z. ORYLSKI[1] in Umkehrung der früheren[2,3] Versuche verfolgt. Die gebildeten Wismutkomplexsalze unterscheiden sich je nachdem, welches Alkaliion im ursprünglichen Cyanoferrat gebunden war und nach der Konzentration der $Fe(CN)_6^{4-}$-Ionen in dem zu titrierenden System. — Die Titration von 0,05—0,11 m Kaliumcyanoferratlösungen mit 0,04—0,19 m Wismutnitratlösungen verläuft unter Entstehung des Komplexsalzes $4\,Bi_4[Fe(CN)_6]_3 \cdot 3\,K_4Fe(CN)_6$. Der Potentialsprung im Äquivalenzpunkt ist deutlich (75—200 mV/0,1 ml Agens), der relative Fehler der Bestimmung gegenüber dem gewichtsanalytischen Verfahren beträgt $\pm 2\%$. — Dagegen werden bei Titrationen von Na- bzw. Li-Cyanoferraten mit der Wismutnitratlösung in Abhängigkeit von der Konzentration der Na- bzw. Li-Cyanoferrate zwei Potentialsprünge beobachtet, von denen der erste der Bildung eines einfachen Salzes der Zusammensetzung $Bi_4[Fe(CN)_6]_3$ (Verhältnis $[Bi^{3+}]$: $[Fe(CN)_6^{4-}] = 1{,}333$) entspricht, während der zweite die Entstehung eines komplexen Salzes der früher[4] ermittelten Zusammensetzung $5\,Bi_4[Fe(CN)_6]_3 \cdot 2\,Bi(NO_3)_3$ andeutet. Dabei verläuft die Titration von weniger konzentrierten Na- bzw. Li-Cyanoferraten [z. B. von 5 ml 0,21 m $Na_4Fe(CN)_6$ bzw. von 5 ml 0,14 m $Li_4Fe(CN)_6$ zu einem Endvolumen von 40 ml mit Wasser verdünnt] fast ausschließlich unter Entstehung des einfachen Bi-Cyanoferrats und die Titration von konzentrierteren Lösungen [z. B. von 15 bis 20 ml 0,21 m $Na_4Fe(CN)_6$ bzw. von 15—20 ml 0,14 m $Li_4Fe(CN)_6$ zu einem Endvolumen von 40 ml mit Wasser verdünnt] fast ausschließlich unter Entstehung des komplexen Bi-Cyanoferrats. Die potentiometrische Titration von Na- bzw. Li-Cyanoferraten ist schwieriger durchzuführen, da die Ausgleichung der Potentiale langsam verläuft und da auch die Potentialsprünge in den Äquivalenzpunkten weniger deutlich sind (höchstens 100—150 mV/0,1 ml des Agenses).

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 917—921 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Lehrk. f. anorg. Chem., Univ. Toruń (Polen). — [2] BASIŃSKA, H., u. K. ORYLSKA: Chem. analit. (Warszawa) 4, 523 (1959). — [3] BASIŃSKA, H., u. Z. ORYLSKI: Chem. analit. (Warszawa) 4, 685 (1959); vgl. diese Z. **176**, 370 (1960). — [4] BASIŃSKA, H., u. Z. ORYLSKI: Chem. analit. (Warszawa) **5**, 187 (1960); vgl. diese Z. **183**, 55 (1961). M. HŘIVNÁČ

Über den Nachweis von Submikromengen Kobalt durch die katalytische Beeinflussung der Tiron-H_2O_2- bzw. Tiron-2,7-Dihydroxynaphthalin-H_2O_2-Reaktionen berichten J. BOGNÁR und O. JELLINEK[1]. Wasserstoffperoxid oxydiert in alkalischem Medium Tiron zu orangerotem Tiron-o-chinon. Bei geeigneten Konzentrationsverhältnissen wird die katalytische Wirkung des Kobalts auf die Reaktion so empfindlich, daß in 5 ml 10^{-4} µg Co nachweisbar werden (Grenzkonzentration $1:5 \cdot 10^{10}$). Man vermischt 1 ml der Versuchslösung mit 1 ml 2%iger Tironlösung, 1 ml 0,4%igem Boratpuffer (0,4 g Borsäure in 100 ml 0,1 n Natronlauge gelöst), 1 ml Wasser und 1 ml 3%igem Wasserstoffperoxid. Eine so bereitete Lösung entspricht dem optimalen p_H 10,6. Ebenso wird die Vergleichslösung bereitet, indem man statt der Versuchslösung Wasser zumischt. In Gegenwart von 0,01 µg Kobalt wird die Lösung nach 2 min orangerot, die Vergleichslösung bleibt farblos. Wenn 10^{-4} µg zugegen sind, ist der Farbunterschied der beiden Lösungen nach 25 min noch gut wahrnehmbar. Zwecks Beschleunigung des Versuches ist es vorteilhaft, die Lösung vor Zugabe des Wasserstoffperoxids auf 40—50° C zu erwärmen. Ni^{2+} und OsO_4 stören infolge ihrer katalytischen Wirkung, Fe^{2+}, Mo^{VI}, UO_2^{2+}, Ti^{IV}, V^V bilden mit Tiron bei diesem p_H-Wert farbige Komplexe. α-Nitroso-β-naphthol, Nitroso-R-Salz, ÄDTA, KCN, NH_3, Pyridin, Orcin usw. wirken schon in geringer Konzentration als Katalysatorgifte. Empfindlicher wird der Nachweis

von Kobalt, wenn *Tiron und 2,7-Dihydroxynaphthalin* verwendet werden. In diesem Fall vermischt man 1 ml der Versuchslösung mit 1 ml Reagenslösung (0,5 g Tiron und 0,5 g 2,7-Dihydroxynaphthalin in 100 ml 50%igem Alkohol), 1,5 ml Alkohol, 0,5 ml Boratpuffer (1,24 g Borsäure in 100 ml 0,1 n Natronlauge) und 1 ml 0,1%igem Wasserstoffperoxid. Der optimale pH-Wert ist 9,0—10,5. Das blaue Reaktionsprodukt erscheint bei Kobaltkonzentrationen von 10^{-3} bis 10^{-4} µg Kobalt in 5 ml Lösung binnen 2—3 min, im Fall von $5 \cdot 10^{-5}$ µg kann man den Unterschied zur Vergleichslösung noch wahrnehmen (Grenzkonzentration $1:10^{11}$).

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **67**, 73—78 (1961) [Ungarisch]. (Mit dtsch. Zus.-fass.) Lehrst. Chemie, TU für Schwerindustrie, Miskolc (Ungarn). J. Plank

Zur Endpunktsindizierung und zur Steuerung automatischer spektralphotometrischer Titrationen von Kobalt, Kupfer oder Eisen mit Äthylendiamintetraessigsäure nutzen H. V. Malmstadt und T. P. Hadjioannou[1] die Unterschiede in der Lichtabsorption von freiem Calcein W und seinen Metallkomplexen bei 500 nm aus. Die auf pH 4,4 gepufferten Probenlösungen mit Metallgehalten zwischen 4 und 50 mg werden im automatisch arbeitenden „Spectro-Titrator" mit einigen Tropfen einer 0,1%igen Lösung von Calcein W in 0,001 n Natronlauge und mit einem abgemessenen Überschuß von 0,04 m ADTÄ-Lösung versetzt. Der Überschuß, dessen Anwesenheit an der grünen Fluorescenz des freien Indicators zu erkennen ist, wird mit einer 0,04 m Kupfer-Maßlösung zurückgenommen. Am Endpunkt steigt die Extinktion der Titrierlösungen steil an. Dieser Anstieg löst nach entsprechender elektrischer Umformung die Beendigung der Titration aus. Für das Verfahren wird eine Genauigkeit von 0,1% angegeben.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 288—293 (1960). Dept. Chem. and Chem. Engng., Univ. Urbana, Ill. (USA). H. Hartkamp

Ruthenium. *Eine Tüpfelprobe für Ruthenium bzw. p-Phenylendiamin* beschreibt A. K. Mukherji[1]. *Nachweis von Ruthenium.* Man versetzt 1 Tr. der Probelösung vom pH 4—8 mit 1 Tr. einer 1%igen p-Phenylendiaminlösung und kann an einer Violettfärbung, die langsam in eine Schwarzbraunfärbung übergeht, die Anwesenheit vom Ru^{3+} erkennen. Es stören Ag^{+}, Au^{3+}, CrO_4^{2-}, Fe^{3+} und Hg^{2+}. Störungen durch Pd^{2+} und Cu^{2+} können durch Zusatz von ÄDTA verhindert werden. Die Nachweisgrenze beträgt auf der Tüpfelplatte 0,5 µg, auf Papier 0,1 µg; die Grenzkonzentrationen sind 10 µg/ml bzw. 2 µg/ml. — *Nachweis des p-Phenylendiamins.* Bei Zusatz einer 1%igen $RuCl_3$-Lösung zur Lösung des Amins werden ähnliche Färbungen wie oben gebildet. 1-Amino-4-hydroxy-anthrachinon hat eine violette Eigenfarbe und p-Aminodimethylanilin ergibt nach einigen Minuten eine Violettfärbung. Bei genauer Beobachtung können beide jedoch von p-Phenylendiamin unterschieden werden. Die Nachweisgrenze auf Papier beträgt 0,01 µg, die Grenzkonzentration 0,2 µg/ml.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1961**, 1—4. Chem. Lab., Univ. Baton Rouge, La. (USA). Klaus Brodersen

Nach J. Brandštetr und J. Vřešťál[1] läßt sich *Ruthenium(III)* spektralphotometrisch mit *Acetylaceton* als Reagens bestimmen. — *Arbeitsweise.* Man erhitzt 15—25 ml der 10—700 µg Ruthenium(III) enthaltenden Probelösung mit 4 ml Acetylaceton und 3 ml Chloroform am Rückflußkühler zum Sieden, bis eine Rosafärbung einsetzt. Jetzt wird so lange 2%ige Natriumhydrogencarbonatlösung zugetropft, bis die wäßrige Phase farblos ist. Die wäßrige Phase wird nach Abtrennen und Erkalten 3mal mit je 3—5 ml eines Gemisches aus Acetylaceton und Chloroform (1:2) ausgeschüttelt. Die vereinigten organischen Phasen werden in einem

25 ml-Meßkolben mit 0,5—1,5 g wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Nach Auffüllen zur Marke mit dem Extraktionsgemisch photometriert man bei 505 nm. — *Ruthenium(III)-Bestimmung bei Anwesenheit von Eisen, Aluminium, Vanadium und Titan.* Man extrahiert zunächst bei p_H 1,8—2 mit 3 Anteilen des Extraktionsgemisches und nochmals mit Chloroform. Die vereinigten Extrakte werden mit einigen Millilitern 0,01 m Salzsäure, zur Entfernung von Eisenspuren, außerdem noch 2mal mit 5 n Schwefelsäure gewaschen und anschließend die wäßrigen Phasen vereinigt. Jetzt wird wie oben weiter gearbeitet.

[1] Collect. czechoslov. chem. Commun. **26**, 392—397 (1961). T. H. und militärtechn. Akad., Brno (ČSSR). KLAUS BRODERSEN

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Atmosphärische Luft. T. FLORKOWSKI, L. GÓRSKI und L. JURKIEWICZ[1] beschreiben die Anwendung der *γ-Spektrometrie zum analytischen Nachweis von radioaktiven Verunreinigungen, die in der Atmosphäre als Folge der Kernexplosionen* verbleiben. Die empfohlene Arbeitsweise eignet sich besser als die Bestimmung der gesamten *β*- und *γ*-Aktivität zur sicheren Kennzeichnung der Art der Atomexplosion. Die *γ*-spektrometrische Ermittlung des Datums der Nuklearexplosion gründet sich auf die Feststellung des Strahlungsverhältnisses von genetisch miteinander verbundenen Isotopenpaaren z. B. von $^{91}Sr/^{91}Y$ ($\tau_{1/2}$-Werte 9,7 Std bzw. 17,5 Tage; Kernexplosion vor ein paar Tagen), $^{143}Ce/^{143}Pr$ ($\tau_{1/2}$-Werte 33,4 Std bzw. 14 Tage; Kernexplosion vor einigen Tagen), $^{147}Nd/^{147}Pm$ ($\tau_{1/2}$-Werte 11,3 Tage bzw. 2,64 Jahre; Kernexplosion vor einigen Wochen) und $^{95}Zr/^{95}Nb$ ($\tau_{1/2}$-Werte 65 Tage bzw. 35 Tage; Kernexplosion vor einigen Monaten). Zum Nachweis einer frischen Nuklearexplosion genügt die Identifizierung eines kurzlebigen Radioisotops (z. B. ^{99}Mo von $\tau_{1/2} = 67$ Std bzw. ^{140}Ba von $\tau_{1/2} = 13$ Tage) in der zu untersuchenden Probe, besonders wenn diese Feststellung durch die Auffindung eines anderen beliebigen kurzlebigen Radioisotops in derselben Probe bestätigt wird. Die Feststellung der *γ*-Strahlung von der Energie etwa 0,105 MeV in der zu analysierenden Probe, die dem ^{239}Np ($\tau_{1/2}$-Wert 2,3 Tage) zugeschrieben werden kann, stellt einen Beweis nicht nur für die frisch durchgeführte Kernexplosion, sondern auch für die Tatsache dar, daß es sich bei dieser Explosion um eine sog. Mantelbombe, d. h. um die Wasserstoffbombe gehandelt hat. — Die zu dem angeführten Zweck von den Verfassern herangezogene Meßeinrichtung enthält einen NaJ-Kristall als Scintillationszähler, der optisch mit einem photoelektronischen Multiplikator verbunden ist. Die Impulse des photoelektronischen Multiplikators werden linear verstärkt und dann in einem üblichen Integrator von 3 Imp/sec-Empfindlichkeit bei der Zeitkonstante von 80 bzw. 40 sec gezählt. Die Messungen werden unter Einschaltung eines wählbaren 3,5 V-Kanals bei 60 min-Meßdauer vorgenommen. — Die Eignung der Methode wird an *Staub- und Regenproben* gezeigt, deren Aktivität den sowjetischen Kernversuchen im Herbst 1958 zugeschrieben worden ist und die $^1/_2$ Jahr später untersucht worden sind.

[1] Nukleonika (Warszawa) **5**, 629—634 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Lehrkanzel für Physik, Berg- und Hüttenmännische Akademie, Kraków (Polen). M. HŘIVNÁČ

Über die quantitative Bestimmung des Gehaltes radioaktiver Blei- und Wismutisotope in Grubenluft berichten V. I. BARANOV und L. V. GORBUŠINA[1]. Die in der Luft befindlichen Aerosole werden auf einem Filter niedergeschlagen[2], das Filter

dann verascht und Pb und Bi wie bei GUSEV[3] beschrieben mit Dithizon getrennt. Die das Bi enthaltende Dithizonphase sowie die Pb-haltige Restlösung werden in Zählschälchen eingedampft und die Aktivitäten unter einem Glockenzählrohr gemessen. Der Zeitbedarf für die Bi-Bestimmung beträgt 40 min, für die Pb-Bestimmung etwa 1 Std. Zur quantitativen Berechnung wird die Meßanordnung mit einem im Gleichgewicht befindlichen RaD-RaE-Präparat geeicht. Wegen seiner niedrigen β-Energie von 17 keV wird das RaD (^{210}Pb) aus dem zeitlichen Anstieg der Aktivität der Tochtersubstanz RaE (^{210}Bi) im Pb-Präparat berechnet.

[1] Kernenergie **4**, 154—155 (1961). — [2] TSIVOGLOU, E., H. AYER u. D. HOLADAY: Nucleonics **11**, 40 (1953). — GUSAROV, I. I., u. V. K. LJAPIDEVSKIJ: Gig. i Sanit. **1958**, Heft 10, S. 10. — [3] GUSEV, A. I.: Analytische Chemie des Wismuts, (russisch) Moskau 1953, S. 133. K. H. NEEB

Die spektralphotometrische Fluoridbestimmung in der Luft mit dem „Mini-Adak-Analyzer"[1], die kontinuierlich mit Schreibgeräten ausgeführt wird, haben D. F. ADAMS, R. K. KOPPE und N. E. MATZEK[2] auf die *Bestimmung von $\mu g/m^3$* (ppb) durch Verwendung des Zirkonium-Eriochromcyaninreagenses[1,3] ausgedehnt und die Störungen der Bestimmung mit diesem Reagens durch verschiedene Gase untersucht. Die Toleranzgrenzen für die einzelnen Gase wurden wie folgt bestimmt (ppm): 0,8 für SO_2, 0,9 für H_2S, 0,8 für CH_3SH, 1,5 für NO, 0,23 für NO_2 und $>1{,}7$ für O_3. Aluminium, Phosphat und Sulfat stören im Reagens.

[1] ADAMS, D. F., u. R. K. KOPPE: Analyt. Chemistry **31**, 1249 (1959); vgl. diese Z. **175**, 132 (1960). — [2] Analyt. Chemistry **33**, 117—119 (1961). Div. Ind. Res., State Univ. Pullman, Wash. (USA). — [3] MEGREGIAN, S.: Analyt. Chemistry **26**, 1161 (1954); vgl. diese Z. **154**, 284 (1957). KLAUS BRODERSEN

Der Urangehalt des Meerwassers, der in der Größenordnung von 3 μg/l liegt, wird von G. W. C. MILNER, J. D. WILSON, G. A. BARNETT und A. A. SMALES[1] *nach Extraktion mit Di-(2-äthylhexyl)-phosphorsäure polarographisch bestimmt.* Um festzustellen, wieweit das Verfahren vollständig ist, wird das Isotop ^{237}U, welches aus ^{241}Pu entsteht, zugesetzt. Dessen γ-Aktivität bei 0,2 MeV wird mit Hilfe eines Natriumjodidkristalls gemessen, die meisten anderen radioaktiven Substanzen stören dabei nicht. — *Abtrennung des Urans aus dem Meerwasser.* Zu 4 l der Probe, die je Liter mit 2 ml Salpetersäure (D 1,42) angesäuert wurde, gibt man 100 ml Salpetersäure (D 1,42) und eine geringe, abgemessene Menge ^{237}U (siehe unten) mit einer Aktivität von etwa 1 μC. Man kocht kurz auf, gibt am nächsten Tag 40 ml 20%ige Ammoniumacetatlösung und 40 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung hinzu, stellt mit Ammoniak (D 0,88) p_H 6,5 ein (Glaselektrode) und schüttelt 5 min mit 40 ml Tetrachlorkohlenstoff, der 0,25 ml Di-(2-äthylhexyl)-phosphorsäure enthält. Nach dem Absitzen trennt man die organische Schicht ab, wäscht die wäßrige Phase einige Male mit CCl_4 und wiederholt die Extraktion. Die vereinigten organischen Anteile dampft man auf 5—10 ml ein und bringt durch Schütteln mit 3mal 10 ml 11 m Salzsäure das Uran wieder in die wäßrige Schicht. Die vereinigten wäßrigen Extrakte dampft man ein, oxydiert die organische Substanz mit 2 ml Salpetersäure (D 1,42) und 2 ml 60%iger Perchlorsäue, verdünnt mit 1 ml Wasser, neutralisiert mit Ammoniak (D 0,88) gegen Universalindicator, gibt 2 Tr. Salpetersäure (D 1,42) hinzu und verdünnt auf 5 ml. Unter Erwärmen löst man darin 9,5 g Aluminiumnitrat und extrahiert nach dem Abkühlen das Uran 2mal mit 10 ml und 1mal mit 5 ml Äthylacetat. Die vereinigten Extrakte zentrifugiert man, um restliches Wasser zu entfernen, gibt 5 ml Magnesiumnitratlösung (1 mg Mg/ml) hinzu, engt auf 1 ml ein, versetzt mit 1 ml Salpetersäure (D 1,42), dampft zur Trockne ein und zerstört durch schwaches Glühen die organische Substanz. Den Rückstand

raucht man mit 1 ml 60%iger Perchlorsäure ab, glüht gelinde, löst in 2 Tr. Perchlorsäure und einigen Tropfen Wasser, gibt 1 ml 60%ige Perchlorsäure und 0,5 ml Natriumtartratlösung (22,5 g Weinsäure + 12 g NaOH + 0,75 g NaCl in 250 ml) hinzu und verdünnt im Meßkolben auf 5 ml. In 1 ml dieser Lösung mißt man die γ-Strahlung. 3,6 ml bringt man in die Polarographiezelle, leitet 15 min N_2 hindurch und nimmt das Polarogramm zwischen −0,1 und −0,7 Volt auf. Mit bidest. Wasser wird unter gleichen Bedingungen ein Blindwert ermittelt, und ebenso wird mit 0,25 ml einer Lösung mit 4 μg U ein Vergleichswert gemessen. — *Darstellung von* ^{237}U. Durch eine Austauschersäule (0,5×6 cm) aus Deacidite FF (100—200 mesh), die mit 7 n Salpetersäure vorbehandelt ist, läßt man 40 ml 7 n Salpetersäure, die 200 μg $^{241}Pu^{IV}$ und 20 mg $^{239}Pu^{IV}$ enthalten, mit einer Geschwindigkeit von 0,2 ml/min fließen und wäscht mit 100 ml 7 n Salpetersäure nach. Nach 1 Woche eluiert man mit 30 ml 7 n Salpetersäure (0,5 ml/min) das gebildete ^{237}U, neutralisiert mit Ammoniak (D 0,88) und gibt nach dem Abkühlen 1 ml 20%ige Ammoniumacetatlösung und 1 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung hinzu. Nach dem Verdünnen auf 100 ml stellt man p_H 7 gegen einen Universalindicator ein, fügt 1 ml 6%ige alkoholische Oxinlösung hinzu und extrahiert mit 5 ml und 3 ml Chloroform. Die organische Schicht filtriert man durch Whatmanfilter Nr. 40, dampft eine kleine Menge ein, zerstört die organische Substanz und mißt die Aktivität.

[1] J. electroanal. Chem. **2**, 25—38 (1961). Chem. Div., Atomic Energy Res. Establ., Harwell, Berks. (England). G. Denk

Zur zerstörungsfreien Analyse von Metallen, Legierungen und Verbindungen empfehlen S. Arribas-Jimeno und S. Martínez-Menéndez[1] 1. das Aufdrücken von präpariertem Filterpapier und Nachweis auf dem Papier, 2. die Elektrographie und 3. die Tüpfelanalyse direkt auf der Probe. Nach diesen 3 Methoden führen Verff. Nachweis für 1. P und Cu, 2. Cr, Co, Ni, Mn, Mo, W, Ti, Si, Fe, Cu und 3. Ni, Cr, Mn, Mo, W, Al, Cu, Pb, Ti, Co, Se, V durch. Das Original enthält ausführliche Arbeitsvorschriften.

[1] Inform. Quím. analít. **14**, 71—80, 107—114 u. 137—142 (1960). Fac. Ciencias, Oviedo (Spanien). Irmgard Pfitzer

Zur Bestimmung von Antimon in Legierungen, besonders in *Lagermetallen*, *Messing* und *Bronze* wird nach M. E. Gárate, M. D. Astudillo und F. Burriel-Martí[1] die Probe mit verd. Salpetersäure und Flußsäure gelöst und das Sb^{III} amperometrisch mit Kaliumbromat (0,1 n, 0,01 n oder 0,001 n) titriert. Für die Amperometrie wird ein „Ampot" Sargent Nr. 2962 verwendet. Als Bezugselektrode wird die gesätt. Kalomelelektrode und als Indicatorelektrode eine Mikro-Platinelektrode benutzt. Die Lösung wird während der Reaktion mit konstanter Geschwindigkeit mit einem elektromagnetischen Rührer gerührt. Die Bestimmungen lassen sich schnell und exakt durchführen.

[1] An. Soc. españ. Física Quím., Ser. B, **56**, 775—778 (1960). Lab. Central de la RENFE, Dep. Quím. Anal., Inst. Quím. Física „Rocasolano" (Spanien). Irmgard Pfitzer

Die Bestimmung von μg-Mengen Zirkonium in Aluminium-Magnesiumlegierungen beschreibt R. F. Rolf[1]. Zirkonium wird mit Di-n-butylphosphat in Chloroform extrahiert und in der organischen Phase mit *1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol* bestimmt. Die Bestimmung wird durch Fluorid nicht gestört. — *Durchführung.* Die Probe wird in verd. Salpeter-, Salz- oder Schwefelsäure unter Zusatz von 2 ml 4,3%iger Tetrafluoroborsäurelösung gelöst und verdünnt. Ein Anteil von 1—5 ml mit 10—65 μg Zirkonium wird in einem Scheidetrichter mit Ammoniak (1:1) gegen m-Kresolpurpur neutralisiert und auf 10 ml verdünnt. Zur Bindung des

Fluorids werden 25 ml Aluminiumnitratlösung (siehe unten) und 10 ml Extraktionslösung (siehe unten) zugesetzt, 30 sec extrahiert und nach 5 min über Watte in einen 25 ml-Meßkolben filtriert. Die Extraktion wird mit 5 ml Extraktionslösung wiederholt. Die wäßrige Phase wird mit 2 ml Chloroform nachgewaschen. Nach Zusatz von 5,00 ml 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthollösung (0,050% in Methanol) und 2,0 ml Pyridin wird mit Chloroform aufgefüllt. Nach 1 Std mißt man die Absorption in einer 1 cm-Küvette bei 555 nm gegen eine Blindprobe. Die Eichkurve erhält man durch analoge Extraktion von 0, 1, 2, 3, 4 und 5 ml verdünnter Zirkoniumstandardlösung (siehe unten). — Die Genauigkeit der Methode beträgt $\pm 2\%$. Uran in 30fachem und Eisen(III) in 90fachem Überschuß geben positive Fehler. Eisen(II) (Reduktion mit Ascorbinsäure) darf in 500facher Menge anwesend sein. Chrom(VI) wird mit Sulfit zu Chrom(III) reduziert. In Gegenwart von Wismut wird mit Ammoniak bis zur Ausfällung von Wismut-oxidnitrat versetzt. — *Aluminiumnitratlösung.* 1800 g $Al(NO_3)_3 \cdot 9\ H_2O$ werden in 920 ml Wasser gelöst. 20 ml dieser Lösung, mit 10 ml Wasser verdünnt, sollen p_H 0,0—0,3 ergeben. Nötigenfalls wird mit Salpetersäure oder Ammoniak korrigiert. — *Extraktionslösung.* 5 ml Chloroform und 10 ml Eastman Kodak 5770 (bestehend aus 55% Di-n-butylphosphat und 45% Mono-n-butylphosphat) werden mit 4mal 15 ml Wasser extrahiert, mit 10%iger Natriumcarbonatlösung gegen Methylorange neutralisiert und mit weiteren 10 ml versetzt. Die Chloroformschicht und weitere 2 mal 15 ml Chloroform zum Waschen werden verworfen. Man säuert mit konz. Salpetersäure an und fügt 5 ml im Überschuß zu, extrahiert mit 4mal 10 ml Chloroform, filtriert über Watte und verdünnt mit Chloroform auf 50 ml. Diese Lösung wird mit Chloroform 1:1000 verdünnt. — *Zirkoniumstandardlösung.* 35,3 g $ZrOCl_2 \cdot 8\ H_2O$, gelöst in 330 ml Salzsäure 1:1 und verdünnt zu 1 l. Der Gehalt wird gravimetrisch mit p-Brommandelsäure ermittelt. Durch Verdünnen wird ein Gehalt von 10 µg Zr/ml eingestellt.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 125—128 (1961). Dow Chem. Co., Midland, Mich. (USA). L. J. Ottendorfer

Die direkte polarographische Zinnbestimmung in Gegenwart von Blei, Thallium, Arsen und Antimon und die Bestimmung kleiner Gehalte von Zinn im Blei[1] werden nach M. Cyrankowska[2] in einer Lösung von 0,01 m Na-ÄDTA-Lösung mit 2,7 m Kochsalz im Bereich von p_H 1—3 durchgeführt. In diesem Grundelektrolyt gelingt die polarographische Zinnbestimmung neben Pb, Tl, Cd, Cu und Bi. Die verwendete Stufe für Zinn (—1,03 V) ist bei p_H 2 und Konzentrationen nicht über $2 \cdot 10^{-4}$ m der Sn-Menge proportional. Das Halbstufenpotential verschiebt sich zu negativeren Werten beim Steigen des p_H-Wertes und in Anwesenheit verschiedener Anionen. Abnahme der Cl^--Konzentration deformiert die Stufe. Unter 0,6 m NaCl ist die Bestimmung nicht möglich. Störungen sind selten. Etwa vorhandene As^{3+}- bzw. Sb^{3+}-Ionen oxydiert man zu den nicht störenden 5wertigen Stufen. — Das Verhältnis Pb:Sn soll 25:1 nicht übersteigen. Etwa bei der Analyse von *Bleilegierungen* mehr vorhandenes Blei wird als $PbSO_4$ gefällt, wobei Fehler durch Adsorption bei der Eichkurve berücksichtigt werden sollten. Die Empfindlichkeit der Analyse ist 0,0005% Sn mit einer Reproduzierbarkeit der Resultate von 2—6% relat. im Vergleich zu den durch Spektralanalyse ermittelten Sn-Gehalten. — *Analysenvorschrift.* a) *Weichblei.* Man löst 0,1—10 g der zu untersuchenden Probe in konz. Schwefelsäure, verdünnt mit Wasser und füllt im Meßkolben auf ein bestimmtes Volumen auf. Man filtriert durch ein trockenes Filter, verdampft einen aliquoten Teil des Filtrates zur Trockne, löst den erhaltenen Rückstand in 5—10 ml 2 n Salzsäure und versetzt nach Abkühlen tropfenweise mit 0,1 n Kaliumpermanganatlösung bis zur Violettfärbung bzw. zur Entstehung einer braunen MnO_2-Trübung (bei größerem As- oder Sb-Gehalt). Man verkocht etwa

entstandenes Chlor und versetzt mit dem Elektrolyten (0,01 m Na-ÄDTA, 2,7 m an NaCl oder NH_4Cl). Man bringt die Lösung mit Natronlauge auf annähernd p_H 5 (Gelbfärbung von Methylgelb), versetzt mit Salzsäure bis zur deutlichen Rotfärbung und fügt $5 \cdot 10^{-4}$ m Theophyllin zur Unterdrückung der Maxima zu. Hierauf ergänzt man zum bestimmten Gesamtvolumen, entfernt den Sauerstoff durch Stickstoff oder Propan[3] und polarographiert von −0,2 V an (Tropfelektrode von Tropfdauer 2,4 sec und Tropfmasse 3,60 mg Hg/sec). Den Zinngehalt entnimmt man einer in gleicher Weise hergestellten Eichkurve. b) *Die Analyse von Hartblei* unterscheidet sich von dem beschriebenen Arbeitsvorgang durch die Oxydation des als Härtungskomponente anwesenden Antimons. Dazu wird das Filtrat vom Bleisulfat auf etwa 0,5 ml eingeengt, mit ein paar Tropfen Wasser verdünnt und im Sieden zur Auflösung des Rückstandes mit konz. Salzsäure tropfenweise versetzt. Nach Abkühlen wird dieser Lösung so viel gesätt. Kaliumpermanganatlösung zugesetzt, bis eine deutlich braune Trübung von Braunstein auftritt. Dann wird einige Minuten im Sieden gehalten, mit 2 n Salzsäure versetzt, abgekühlt und erneut mit Kaliumpermanganatlösung bis zur braunen Trübung beschickt. Dann verfährt man weiter wie oben.

[1] Beran, P., J. Čihalík, J. Doležal, V. Simon u. J. Zýka: Chem. Listy **47**, 1315 (1953); vgl. diese Z. **142**, 437 (1954). — [2] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 851—861 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Zentral-Laborat. für Akkumulatoren und Batterien, Poznań (Polen). — [3] Kempiński, O.: Chem. analit. (Warszawa) **1**, 209 (1956). M. Hřivnáč

Uranbestimmung in Zirkonium-Erzen. K. Bril und S. Holzer[1] berichten, daß sich 0,05—1% U_3O_8 in Zirkoniumerzen nach der Methode von A. R. Main[2] bestimmen lassen, wenn anstelle der Phosphorsäure bei der Reduktion zum Uran(IV) mit Zinn(II)-chlorid 1 ml 40%ige Natriumfluorid-Lösung je 2 ml konz. salzsaurer Probelösung zugesetzt werden. Durch Extraktion mit Tributylphosphat läßt sich die Störung durch andere Elemente umgehen. Das Uran wird schließlich durch Titration mit Cer(IV)-sulfatlösung mit Ferroin als Indicator bestimmt. — *Arbeitsweise.* Man verdampft die Probelösung, in der das Uran als Sulfat oder Chlorid vorliegt, zur Trockne und nimmt mit 2 ml konz. Salzsäure auf. Nach Zugabe von 1 ml Natriumfluoridlösung (40 g/l) und genau 1 ml 0,002 n $FeCl_3$-Lösung erhitzt man bis zum gerade beginnenden Kochen, fügt 1,5 ml $SnCl_2$-Lösung (1 g in 100 ml 1 n Salzsäure) zu, bedeckt und beläßt etwa 5 min auf dem kochenden Wasserbad. Dies wiederholt man noch einmal. Jetzt kühlt man im CO_2-Strom, wäscht Kolben und Deckglas mit 2 ml Schwefelsäure (1:10) und versetzt mit 2 ml gesätt. $HgCl_2$-Lösung und nach 2 min unter langsamer Bewegung der Flüssigkeit mit 1 ml 8%iger $FeSO_4$-Lösung. Man filtriert in CO_2-Atmosphäre und wäscht mit luftfreier Schwefelsäure (1:10), so daß das Volumen des Filtrats etwa 40—50 ml beträgt. Fällt kein Hg_2Cl_2, muß die Reduktion wiederholt werden. Nun fügt man 0,1 ml 0,0025 m Fe^{II}-Phenanthrolinlösung zu und titriert mit 0,01 n Cer(IV)-sulfatlösung. — Die Uran(IV)-lösung ist unter CO_2 noch nach 6 Std unverändert.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 55—58 (1961). Res. Lab., Orquima S/A, Sao Paulo (Brasilien). — [2] Analyt. Chemistry **26**, 1507 (1954); vgl. diese Z. **147**, 134 (1955). Klaus Brodersen

Ein amperometrisches Verfahren für die Zirkoniumbestimmung in Nioblegierungen haben Ju. A. Černichov und V. M. Vladimirova[1] ausgearbeitet, das auf der Rücktitration eines Komplexonüberschusses durch eine Wismutlösung bei p_H 3 beruht. Verff. können mit diesem Verfahren das Zirkonium in *Gegenwart der bis zu 30fachen an Weinsäure gebundenen Niobmengen* bestimmen. Ebenso gelingt die amperometrische Titration auch *in Gegenwart von 20fachem Überschuß an Molyb-*

dän und Wolfram. Bei Gehalten von über 2—3% Zr gelingt die Bestimmung ohne vorherige Abtrennung des Niobs. Bei kleineren Gehalten muß man von größeren Einwaagen ausgehen. Dabei treten infolge Hydrolyse beim Kochen der salzsauren Lösung Niobfällungen auf, so daß man die Hauptniobmenge vorher abtrennen muß. — *Arbeitsweise.* 1. Für *Zr-Gehalte über 2%.* 0,3 g Probegut löst man im Platintiegel in 20 ml Salpetersäure (1:1) und einigen Millilitern Flußsäure auf einem Sandbad, setzt dann 15 ml Schwefelsäure (1:1) zu und engt die Lösung bis zur Abscheidung von Sulfaten ein. Nach Abkühlung fügt man 2 g Kaliumhydrogensulfat zu, erwärmt auf der Platte bis zum Schmelzen, das man in der Muffel beendet. Die Schmelze laugt man in einem 50 ml-Meßkolben mit 20%iger Weinsäure aus, mit der man auch auffüllt. Einen Anteil von 5 oder 10 ml versetzt man mit 10 ml Salzsäure (1:1) und läßt 1—2 min sieden. Zum Abkühlen bringt man dann auf etwa 40 ml, wobei die beim Sieden entstandene Trübung wieder verschwindet, setzt 1 g Ammoniumacetat, einen Überschuß von 0,01 m ÄDTA-Lösung, 2—3 Tr. Tropäolin OO zu und stellt mit Ammoniak auf Gelbrosa (p_H 2) ein. (Bei Zirkoniumgehalten von etwa 4% nimmt man 5—10 ml Lösungsanteil ab und fügt 5—10 ml ÄDTA-Lösung zu.) Der ÄDTA-Überschuß wird amperometrisch mit Wismutlösung titriert. Als Indicatorelektrode dient dabei eine Quecksilbertropfelektrode, als Vergleichselektrode eine gesätt. Kalomelelektrode. Die Verbindung zwischen den Elektroden wird von einem Röhrchen mit gesätt. KCl-Lösung in Agar-Agar hergestellt. Die Spannung beträgt anfangs 3 V. Zunächst ruft der Zusatz der Wismutlösung keine Stromänderung hervor, der Strom ist sehr klein. Bei Erreichen des Äquivalenzpunktes beginnt in Abhängigkeit von der zugesetzten Wismutlösung ein Stromanstieg. Der Äquivalenzpunkt wird durch den Schnittpunkt der beiden Kurvenzüge gegeben, die die Abhängigkeit der Stromstärkendifferenz vom Zusatz des Titrationsreagenses darstellen; 1 ml Komplexonlösung entspricht 0,91 mg Zr. — 2. *Zr-Gehalte unter 2%.* 0,5—1 g Probegut werden im Platintiegel bis zur Oxydation im Muffelofen geröstet. Man setzt die 6fache Menge Pottasche zu und schließt 15—20 min bei 900—1000°C auf, laugt die erkaltete Schmelze mit 60—70 ml Wasser unter Erwärmen aus und filtriert durch ein dichtes laugenfestes Filter. (Klares Filtrat, sonst Zr-Verluste!) Der Niederschlag auf dem Filter wird 2—3mal mit 2%iger Pottaschelösung gewaschen. Man verascht das Filter vorsichtig, schließt mit 1—2 g Kaliumpyrosulfat auf, laugt nach Abkühlung mit 10%iger Weinsäure aus und füllt auf 25 oder 50 ml mit dieser Säure auf. Dann führt man die amperometrische Titration mit der ganzen Lösung oder aliquoten Anteilen wie oben beschrieben durch.

[1] Zavodskaja Laborat. **26**, 1207—1208 (1960) [Russisch]. Staatliches Lehr- und Forschungsinst. d. Industrien für Seltene Metalle. S. Eckhard

Die spektralanalytische Bestimmung der Beimengungen in hochreinem Schwefel beschreiben Z. G. Fratkin und I. Ju. Andreeva[1]. Größere Gehalte (mindestens 10^{-4}%) Fe, Co, Cu, Ag und Al werden direkt bestimmt, kleinere Gehalte ($< 3 \cdot 10^{-6}$%) Cu, Ag, In, Ga, Ni, Co, Pb, Sn, Mn werden nach vorhergehendem Anreichern in der Probe erfaßt. Die Analyse (Spektrograph ISP-28; Wechselstrom 7 A; Kohleelektroden) wird nach dem Verfahren dreier Eichproben durchgeführt (das Eisen selbst bestimmt man durch die absolute Schwärzung der Analysenlinie), wobei die Spektren jeder Probe und Standardprobe 3mal auf ein und derselben Photoplatte aufgenommen werden. Zur Erhöhung der Intensität der Linien setzt man den Analysen- und Standardproben 5% Natriumchlorid zu. Die verwendeten Analysenlinien und Konzentrationsintervalle (in Klammern) sind: Cu 3247,54 (10^{-4} bis 10^{-2}%), Ag 3280,68 (10^{-4} bis 10^{-3}%), Al 3082,16 ($5 \cdot 10^{-4}$ bis 10^{-2}%), Fe 2973,24 (10^{-3} bis 10^{-2}%), Ni 3414,76, Co 3453,50 Å ($5 \cdot 10^{-4}$ bis 10^{-2}%). Der mittlere quadratische Fehler beträgt bei diesem

Verfahren 9—18%, bei Ni- und Co-Gehalten unter 0,001% steigen die Fehler auf 30—35%. Zur Anreicherung werden die Proben (600 mg) mit 12 mg eines Gemisches von 80% spektralreinem SiO_2 und 20% NaCl gemischt, verbrannt und 30 min bei 500° C geglüht. Die Analysenlinien und Konzentrationsintervalle sind Cu 3247,54 ($5 \cdot 10^{-6}$ bis 10^{-4}%), Ag 3280,68 ($3 \cdot 10^{-6}$ bis 10^{-4}%), In 3256,09, Ga 2943,64 ($1 \cdot 10^{-6}$ bis $3 \cdot 10^{-5}$%), Ni 3050,82, Co 3412,34 Å (10^{-5} bis 10^{-1}%). Bezogen wird auf die Linie Na 2852,9 Å oder auf den Untergrund. Die mittleren quadratischen Fehler betragen 11—30%.

[1] Zavodskaja Laborat. **26**, 1370—1371 (1960) [Russisch]. Inst. f. chemische Reagentien, Leningrad (UdSSR). O. Gautsch

Eisenspuren in Molybdän und seinen Verbindungen können nach Angaben von K. Fukker und A. J. Hegedüs[1] polarographisch bestimmt werden. — *Durchführung.* 0,1 g Molybdänmetall wird mit 1 ml Lösungssäure (50 ml Salpetersäure [D 1,41] + 30 ml Schwefelsäure [D 1,84] + 20 ml Wasser) gelöst und abgeraucht. Das gebildete Molybdäntrioxid wird mit 0,5 ml 10 n Natriumhydroxidlösung befeuchtet, in 2—5 ml Wasser gelöst, mit 20%iger Salzsäure angesäuert, mit 2,5 ml 1 m Triäthanolaminlösung versetzt und wieder angesäuert. Die in einen 25 ml-Meßkolben gespülte Lösung wird nach einigen Minuten mit 2,5 ml 10 n Natriumhydroxidlösung alkalisch gemacht und aufgefüllt. Nach 5 min langem Spülen mit Stickstoff wird zwischen 0,4 und 1,4 Volt polarographiert. Die Einwaage kann bis zu 1 g Molybdän gesteigert werden, doch muß die Eichung mit derselben Molybdänkonzentration vorgenommen werden. 5—100 µg Fe/g Mo können mit einer Genauigkeit von ±2,2% bestimmt werden. In Gegenwart von Kupfer kann Eisen nur nach Abtrennung mit Aluminium als Kollektor und Fällung mit Ammoniak, nach der Wiederauflösung des gefällten Hydroxids, bestimmt werden.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1961**, 92—95. Forschungsinst. Nachrichtentechn. Ind. (HIKI), Tungsram, Budapest/Ujpest (Ungarn). L. J. Ottendorfer

Für die Bestimmung von Sauerstoff und Wasserstoff in Stahl verwendet C. E. A. Shanahan[1] Trägergasverfahren. *Sauerstoff.* Die Probe wird wie üblich im Kohletiegel aufgeschmolzen, das gebildete Kohlenmonoxid jedoch nicht mit Hilfe von Vakuumpumpen gesammelt, sondern in einem Trägergasstrom (gereinigtes Argon) weggeführt. Das Verfahren ist von C. E. A. Shanahan und F. Cooke[2] beschrieben worden. Für eine Einzelanalyse benötigt es bei einem Trägergasstrom von 300 ml/min 15 min, die Genauigkeit entspricht der beim Heißextraktionsverfahren erreichten. *Wasserstoff.* Verf. verzichtet hier auf das Aufschmelzen der Proben und extrahiert den Wasserstoff bei einer Temperatur von 650°C. Das in Freiheit gesetzte Gas wird wiederum vom Trägerargon abtransportiert, der Wasserstoff wird über einem Kupferoxid-Eisenoxidkatalysator verbrannt und das gebildete Wasser entweder gravimetrisch oder durch eine Karl-Fischer-Titration erfaßt. Dieses Verfahren ist ebenfalls bereits von C. E. A. Shanahan und F. Cooke[3] beschrieben worden.

[1] Rev. Métallurgie **58**, 55—64 (1961). Richard Thomas & Baldwins Ltd. — [2] J. Iron Steel Inst. **188**, 138 (1958). — [3] J. Iron Steel Inst. **190**, 381 (1958).
S. Eckhard

Die komplexometrische Titration des Mangans in Ferromangan nach R. Přibil und M. Kopanica[1] hat A. G. C. Morris[2] für die Zwecke einer raschen Kontrollanalyse modifiziert. — *Arbeitsweise.* 0,15 ± 0,01 g Probegut mit 75—80% Mn wird mit 10 ml konz. Salpetersäure in der Hitze gelöst. Man engt auf 5 ml ein, gibt 10 ml konz. Salzsäure zu, engt wieder auf 5 ml ein und wiederholt Salzsäurezugabe und Einengen zwei- oder mehrmals, bis die eingeengte Lösung goldgelb ist. Dann läßt man abkühlen, gibt 100 ml kaltes Wasser, 10 ml 10%ige Hydroxylaminhydro-

chloridlösung sowie 20 ml 33%ige Triäthanolaminlösung zu und bringt mit konz. Ammoniak auf pH 10. Dann gibt man eine Messerspitze eines Gemisches von Thymolphthalexon (3,3-bis-[N,N-di(Carboxymethyl)aminomethyl]-thymolphthalein, Chemapol, Prag) mit KNO_3 (1:100) zu und titriert mit 0,05 m ÄDTA-Lösung auf den grün-ziegelroten Endpunkt. Als Routineverfahren durchgeführt, wurde bei einem Mangangehalt von 78% eine Standardabweichung von $\pm$0,21 (15 Bestimmungen) und $\pm$0,15 (18 Bestimmungen, anderer Analytiker) erreicht.

Ebenfalls mit einer Verbesserung des Verfahrens von Přibil und Kopanica[1] befaßt sich K. Studlar[3], der durch Verwendung eines verdünnteren Titrationsreagenses eine größere Genauigkeit erreicht. — *Arbeitsweise.* 0,25 g Einwaage werden in 10 ml Salpetersäure (1:1) gelöst. Man gibt 5 ml konz. Salzsäure zu, engt auf ein kleines Volumen ein, gibt nochmals 1 ml konz. Salzsäure und dann 100 ml Wasser zu, bringt zum Kochen und läßt abkühlen. In einem 250 ml-Meßkolben füllt man auf [die Lösung ist gelb, bei der Analyse manganreicherer Produkte (z. B. Ferromangan affiné) jedoch farblos]. Zu 50 ml dieser Lösung gibt man 5 ml 10%ige Hydroxylaminhydrochloridlösung, 10 ml 20%ige Triäthanolaminlösung und sofort 35 ml konz. Ammoniak zu (sonst Einfluß auf Farbtiefe!). Man verdünnt schnell auf 150 ml, gibt eine Messerspitze Indicator (siehe oben) zu und titriert mit 0,025 m ÄDTA-Lösung von dem blauen, bzw. je nach Eisengehalt blaugrünen Farbton auf schwach Rotviolett bzw. Goldgelb. Nach der beschriebenen Arbeitsweise stören bis zu 2% Cu die Titration nicht, ebenso nicht bis zu 0,1% Pb. Geringe Mengen an Ni und Zn können mit KCN maskiert werden, das jedoch höchstens in einer Menge von 50 mg zugegeben werden darf.

[1] Chemist-Analyst **48**, 35 (1959); vgl. diese Z. **176**, 205 (1960). — [2] Chemist-Analyst **49**, 105—106 (1960). Ferralloys Ltd., Cato Ridge, Natal (Südafrika). — [3] Chemist-Analyst **49**, 106—107 (1960). S. Eckhard

Eine flammenphotometrische Kupferbestimmung in Mineralgemischen beschreiben W. G. Schrenk, K. Graber und R. Johnson[1]. Da ohne vorherige Abtrennung der störenden Ionen keine zufriedenstellenden Ergebnisse erzielt wurden, schlagen die Verff. die Abtrennung des Kupfers mit einem Ionenaustauscher vor (Chloridform von Dowex 1-X8, 100—200 mesh, Säulenlänge 15 cm, 1,1 cm Durchmesser). — *Arbeitsvorschrift.* Die Proben werden 16 Std bei 105°C getrocknet und anschließend 16 Std bei 580°C im Platintiegel verascht. Nach Zugabe von 5 ml 1 m Salzsäure zur Asche wird zur Trockne eingedampft, 20—30 ml dest. Wasser werden zugesetzt, es wird erhitzt, filtriert und mit Wasser auf 50 ml aufgefüllt. Zu dieser Lösung werden 50 ml 12 m Salzsäure gegeben und 5 ml der Endlösung durch den Austauscher geschickt. Danach werden mit 15 ml 4 m Salzsäure Natrium, Kalium, Calcium, Magnesium, Mangan und Kobalt eluiert und verworfen. Anschließend wird mit 20 ml 1,2 m Salzsäure das Kupfer eluiert und das Eluat zur flammenphotometrischen Bestimmung benutzt. Werden die Proben in dieser Art vorbehandelt, so können die Eichkurven mit Standardproben aus Kupferchloridlösung aufgestellt werden. Die Verff. benutzen zur Analyse ein Beckman DU-Spektrometer mit Flammenzusatz und arbeiten mit 0,7 at Sauerstoff- und 0,35 at Acetylendruck. Gemessen wird die Kupferlinie 324,7 nm.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 106—108 (1961). Kansas State Univ., Manhattan (USA). F. Rosendahl

Zur Bestimmung von Thallium in Gesteinen ($3 \cdot 10^{-5}$—$2 \cdot 10^{-4}$ %) empfehlen N. A. Rudnev, G. I. Malofeeva und V. S. Rasskazova[1] die vorhergehende Anreicherung durch Fällung als Sulfid aus 0,075—4,8 n schwefelsaurer Lösung mit Wismuttrisulfid als Kollektor in Gegenwart von Kaliumtetraphenyloborat und

ÄDTA. Unter diesen Bedingungen gelingt, wie radiochemisch überprüft wurde, die *vollständige Abtrennung des Thalliums von Gallium und Antimon*. Wird nur Wismutsulfid oder Kaliumtetraphenyloborat als Kollektor verwendet, gelingt die selektive Anreicherung nicht.

[1] Zavodskaja Laborat. **27**, 20—21 (1961) [Russisch]. Vernadskij-Inst. f. Geochemie u. anal. Chemie, Akad. Wiss. UdSSR. H. WUNDERLICH

Kaliumchloridspuren in technischem Rubidiumchlorid bestimmen B. D. STEPIN und W. E. PLJUŠČEV[1] flammenphotometrisch. — Für die Untersuchungen diente der Spektrograph ISP-51, dessen Lineardispersion bei 471 nm etwa 32 Å/mm beträgt. Der Spektrograph war mit dem lichtelektrischen Zusatzgerät FEP-1 ausgerüstet, in dem jedoch der eingebaute Sekundärelektronenvervielfacher FEU-17 durch die Typen FEU-22 bzw. WEI ausgewechselt wurde, um im Roten noch genügend Photostrom zu erhalten. Mit Rücksicht darauf werden als Analysenlinien auch die Resonanzlinien Rb 780 nm und K 766,5 nm ausgewählt. Die Kaliumlinie diente als innerer Standard; ihre Intensität wurde durch ein Filter vom Typ NS-8 (4 mm Schichtdicke) ausreichend geschwächt (das Filter wies bei 640 nm eine Durchlässigkeit von 7,6% auf). Die Analysenlinien wurden durch eine automatische Rotation des Prismensystems im Spektrographen abwechselnd vor den Austrittsspalt gebracht, so daß für die Messungen nur ein Photovervielfacher benötigt wurde. In Übereinstimmung mit den Ergebnissen anderer Autoren finden Verff. auch beim Rubidium den Einfluß der Rb-Konzentration auf die Emission der Verunreinigungen. Diese nimmt bis zu 1 g Rb/100 ml zu; es wurde deshalb zur Sicherheit für die Eichkurvenaufstellung eine Konzentration von 4 g Rb/100 ml Lösung verwandt. Weiter wurde der Einfluß von Natrium-, Caesium-, Calcium- und Magnesiumchloriden, die allgemein in technischem Rubidiumchlorid als Verunreinigungen enthalten sind, auf die Genauigkeit der Kaliumbestimmung untersucht und gefunden, daß mit Ausnahme des Magnesiums Gehalte bis zu 0,5% praktisch keine Beeinflussung hervorrufen. Höhere Konzentrationen an Beimengungen erhöhen bereits merklich die Viscosität der Lösungen, so daß die Arbeit des Zerstäubers beeinflußt wird. In Übereinstimmung mit der Literatur wird gefunden, daß Magnesiumgehalte über 0,1% bereits eine Depression der Kaliumemission bei einer Kaliumkonzentration von 0,01% hervorrufen. Die Anregungsbedingungen (Acetylen-Luft-Flamme) bieten keine Besonderheit. Bei einer Probe mit 0,0054% K betrug die Standardabweichung $\pm 0{,}0002$, der Variationskoeffizient 3,7%.

[1] Ž. anal. Chim. **15**, 556—560 (1960) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Lomonossow-Inst. f. Chem. Technologie, Moskau (UdSSR). S. ECKHARD

Ein Verfahren zur spektrophotometrischen Bestimmung von Chlorat in Ammoniumperchlorat, das auch zur Bestimmung oxydierender und reduzierender Verunreinigungen in Salzsäure dienen kann, beschreibt E. A. BURNS[1]. Die Methode beruht auf der Bildung eines gelb gefärbten Halochinons aus Benzidin und dem aus dem Chlorat in Freiheit gesetzten Halogen. Da sich das gebildete Halochinon rasch wieder zersetzt, müssen geeignete Bedingungen eingehalten werden. — *Durchführung.* 6 g Probe werden in einem 100 ml-Meßkolben in Wasser gelöst. Nach Zusatz von 5 ml Benzidinlösung (siehe unten) wird mit Salzsäure (1:1) aufgefüllt. Nach 12—15 min wird in einer 1 cm-Küvette bei 438 nm gemessen (A_x). Als Bezugslösung dient eine Mischung von 3 ml Benzidinlösung und 97 ml Salzlösung (1:1). — Zur Bestimmung der in der Salzsäure vorhandenen Verunreinigungen wird ein Gemisch aus 5 ml 10^{-4} m Chloratlösung (0,122 g Kaliumchlorat zu 1 l Wasser gelöst und diese Lösung 1:10 verdünnt), 3 ml Benzidinlösung und 92 ml Salzsäure (1:1) in analoger Weise gemessen (A_0). Berechnung: % Ammoniumchlorat in

Ammoniumperchlorat $= 0{,}1730 \cdot \frac{(A_x - A_0)/l + 1015\, C_0}{W} - 0{,}69\, B$; ($A_x$ = Extinktion der Probe; A_0 = Ext. d. Vergleichslösung; l = Küvettenlänge in Zentimeter; C_0 = Molarität der Kaliumchloratlösung; W = Einwaage in Gramm; B = % Ammoniumbromat in der Probe.) Infolge der Anwesenheit von Sulfit und anderen reduzierenden Substanzen in der Salzsäure geht die Eichkurve nicht durch den Ursprung des Diagramms [Extinktion/Konzentration]. Die in der Salzsäure vorhandene Sulfitmenge kann nach folgender Formel errechnet werden:

$$\% \text{ Sulfit} = 0{,}00240 \cdot (c - 8{,}52\, A)/W.$$

(c = Molarität an Chlorat $\cdot 10^6$; A = Extinktion; W = Einwaage an Salzsäure in Grammen [38 Gew.-%]). Ist anstelle von Sulfit als reduzierende Verunreinigung Chlor als oxydierende Beimengung vorhanden, so wird der Ausdruck $[c - 8{,}52\, A]$ negativ; in diesem Fall ergibt sich der Chlorgehalt aus der Formel

$$\% \text{ Chlor} = 0{,}00213 \cdot (8{,}52\, A - c)/W.$$

Benzidinlösung. 2,0 g Benzidin werden in 2,5 ml Salzsäure und 100 ml Wasser gelöst (wenn nötig erwärmen) und mit Wasser auf 500 ml aufgefüllt.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1800—1803 (1960). Jet Propulsion Lab. Inst. Technol., Pasadena, Calif. (USA). L. J. Ottendorfer

Über die Bestimmung organischer Materie in Böden berichten E. R. Perrier und M. Kellogg[1]. Die organischen Bestandteile werden durch Zusatz einer definierten Menge von Kaliumdichromat in schwefelsaurer Lösung oxydiert. Der verbliebene Anteil Dichromat wird colorimetrisch mit s-Diphenylcarbazid bestimmt. — *Ausführung.* 0,5 g der durch ein 100 mesh-Sieb abgesiebten Bodenprobe wird mit 5,5 ml konz. Schwefelsäure und 10 ml 1 n Kaliumdichromatlösung versetzt und 5 min in kochendem Wasser erwärmt. Das Gemisch wird abgekühlt und mit Wasser auf 1000 ml verdünnt. 1 ml davon wird entnommen und mit 3,3 ml 6 n Schwefelsäure und 1 ml gesätt. s-Diphenylcarbazidlösung (in 95%igem Alkohol) versetzt. Die Lösung wird mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt und innerhalb von 10 min die Extinktion bei 540 nm gegen einen Blindwert gemessen. Vergleiche mit anderen Analysenverfahren zeigen die Brauchbarkeit der Methode.

[1] Soil Sci. **90**, 104—106 (1960). Oregon Agric. Exp. Station (USA). H. Zimmer

Geringe Mengen von Aluminium, Mangan, Kobalt, Kupfer, Eisen, Molybdän und Zink trennen A. H. Hunter und N. T. Coleman[1] durch Ionenaustausch und bestimmen dann die Elemente in den Eluaten colorimetrisch nach bekannten Verfahren. Die Fehler betragen 1,5—7%. Die Methode wird für die *Analyse von Pflanzen* verwendet. — *Ausführung.* 2 g (für Co und Mo unter Umständen mehr) des getrockneten und fein gepulverten Pflanzenmaterials kocht man 4 Std mit 10 ml einer Mischung aus 1 ml 60%iger Perchlorsäure und 10 ml konz. Salpetersäure und dampft dann mit weiteren 3 ml der Säuremischung zur Trockne ein. Die Veraschung kann auch durch 6stündiges Erhitzen auf 500°C erfolgen. Den Rückstand nimmt man mit 4 ml 9 n Salzsäure auf, zentrifugiert und gibt 2 ml der Lösung auf den Ionenaustauscher (Dowex 1 X 8; 100—200 mesh; 30 cm Höhe, 5 mm Durchmesser), der mit 9 n Salzsäure vorbehandelt wurde. Man eluiert mit Salzsäure verschiedener Konzentration und Menge (Durchflußgeschwindigkeit 1 ml/10 min), wobei vorher mit einer Lösung dieser Metalle bekannter Zusammensetzung die Eluierfähigkeit ermittelt wird. Im allgemeinen werden gebraucht für Al 5 ml 9 n, Mn 10 ml 6 n, Co 8 ml 4 n, Cu 10 ml 2,5 n, Fe und Mo 15 ml 0,5 n, Zn 15 ml 0,005 n Salzsäure. In den getrennt aufgefangenen Eluaten werden dann die Metalle in folgender Weise bestimmt: *Al.* Man verdünnt die Lösung auf 50 ml, versetzt 5 ml davon mit 15 ml

Reagens-Pufferlösung, stellt die Lösung 5 min in kochendes Wasser, verdünnt im Meßkolben auf 50 ml und mißt die Extinktion bei 520 nm. — *Mn.* Man dampft die Lösung zur Trockne ein und nimmt mit 15 ml einer Mischung, die im Liter 65 ml konz. Salpetersäure, 135 ml konz. Phosphorsäure und 1,3 g Trinatriumparaperjodat enthält, auf. Nach einigen Minuten gibt man 10 ml 20%ige Natronlauge hinzu und mißt die Lichtabsorption nach 2 Std bei 525 nm. — *Co.* Man bringt das Eluat ebenfalls zur Trockne, gibt 10 ml einer Lösung hinzu, dargestellt aus 1 ml 0,5%iger Nitroso R-Salzlösung und 10 ml Pufferlösung (6,8 g $CH_3COONa \cdot 3\,H_2O$ + 0,5 ml Eisessig im Liter; p_H 5,5) und ermittelt die Extinktion nach 15 min bei 525 nm. — *Cu.* Nach dem Eindampfen versetzt man den Rückstand mit 5 ml einer Mischung aus 3 ml Zinconlösung (0,13 g in 2 ml 1 n Natronlauge gelöst und auf 100 ml verdünnt), 5 ml Pufferlösung (21,3 ml 1 n Natronlauge + 50 ml 1 m Borsäure in 100 ml; p_H 9) und 17 ml Wasser und mißt die Extinktion bei 600 nm. — *Fe.* Man verdünnt die Fraktion, die Fe und Mo enthält, auf 25 ml, versetzt 2—10 ml dieser Lösung mit 2 Tr. Thioglykolsäure und 5 ml Ammoniak, verdünnt im Meßkolben auf 25 ml und ermittelt die Lichtabsorption nach 5 min bei 535 nm. — *Mo.* Den Rest der Fe-Mo-Lösung engt man zur Trockne ein, gibt 1 ml $FeCl_3$-Lsg. (49 g $FeCl_3 \cdot 6\,H_2O$/l), 1 ml $NaNO_3$-Lösung (42,5 g/100 ml), 4 ml 10%ige NH_4SCN-Lösung und 4 ml $SnCl_2$-Lösung (20 g $SnCl_2$ in 20 ml heißer konz. Salzsäure gelöst und auf 200 ml verdünnt) hinzu und mißt die Extinktion bei 475 nm. — *Zn.* Man neutralisiert die Lösung mit 1 n Natronlauge, gibt 5 ml der bei Cu beschriebenen Pufferlösung und 3 ml der Zinconlösung hinzu, verdünnt im Meßkolben auf 25 ml und mißt die Extinktion bei 620 nm. — Für alle colorimetrischen Bestimmungen werden mit Lösungen bekannten Gehalts Eichkurven aufgestellt. — Zur *Darstellung der Lösung für die Al-Bestimmung* versetzt man eine Lösung von 500 g Ammoniumacetat/Liter mit 80 ml Eisessig, filtriert gegebenenfalls und gibt eine Lösung von 1 g Aluminon in 50 ml Wasser hinzu. Ferner löst man 6 g Akaziengummi (Gummi arabicum) unter Kochen in 250 ml Wasser, gibt 0,1 g Thymol hinzu, filtriert, gießt das Filtrat in die Pufferlösung, fügt 100 ml Pyridin zu und verdünnt auf 3 l.

[1] Soil Sci. **90**, 214—218 (1960). North Carolina Agricult. Exp. Station (USA).

G. Denk

Zur Bestimmung der metallischen Additive in Schmierölen des Typs HD, und zwar sowohl in neuen als auch in gebrauchten Ölen, arbeitete J. E. Bolzan[1] Vorschriften für *Phosphor, Zink* und *Calcium* aus. — *Phosphorbestimmung.* 1,000 g der Probe wird in einem Quarztiegel mit 2 g Calciumcarbonat bedeckt und verbrannt, dann wird bei 700—800°C verascht, bis eine weiße Asche erhalten wird. Man läßt abkühlen, gibt wenig Wasser zu, bedeckt mit einem Uhrglas und gibt unter diesem vorsichtig und tropfenweise konz. Salzsäure zu bis zur vollständigen Lösung. Man spült die Lösung mit etwas dest. Wasser in einen 100 ml-Meßkolben, versetzt dann mit 20%iger Sodalösung bis zum Auftreten einer leichten Opalescenz und klärt mit 5 n Schwefelsäure. Man gibt 25 ml Vanadium-Molybdänreagens (siehe unten) zu und bringt zum Sieden, läßt 15 min stehen und mißt die Absorption im Photocolorimeter mit blauem Filter. Ebenso werden ein Blindwert und Eichwerte behandelt. — *Zinkbestimmung.* 1,000 g der Probe wird wie oben beschrieben verbrannt und dann bei 600°C verascht. Die weiße Asche (gelb in der Hitze) wird abgekühlt, und wie oben beschrieben mit Wasser und konz. Salzsäure gelöst. Man engt dann bis fast zur Trockne ein, kühlt ab, bringt in ein konisches Zentrifugiergläschen von 10 ml, wäscht den Tiegel mit ganz wenig Wasser nach, neutralisiert gegen Phenolphthalein mit 5 n Natronlauge, gibt 1 ml 4 n Salzsäure und 1 ml frische 2%ige Kaliumhexacyanoferrat(II)-lösung zu, homogenisiert, läßt 10 min stehen und mißt dann die Trübung mit einem Blaufilter. — *Calciumbestimmung.* Man verfährt wie bei der Zn-Bestimmung bis zur Neutralisation gegen Phenolphthalein. Dann gibt man

2 ml Essigsäure-Acetat-Pufferlösung (70 g Na-Acetat + 30 ml Eisessig im Liter) und 5 ml 2‰ige Na-Oxalatlösung zu. Man bringt für 30 min in ein siedendes Wasserbad, kühlt ab, schüttelt und zentrifugiert. Von der klaren überstehenden Lösung nimmt man 2 ml mit einer Meßpipette ab, gibt sie in einen 50 ml-Meßkolben und fügt 25 ml 5 n Schwefelsäure sowie 5 ml 0,01 n Kaliumpermanganatlösung zu. Man homogenisiert, läßt 15 min unter Lichtausschluß stehen und mißt die Absorption mit einem Grünfilter. — *Gebrauchte Öle* müssen vor der Untersuchung filtriert werden. Dazu werden sie auf 60—70°C erwärmt und durch eine großporige Glasfritte, die mit einer trockenen Lage Asbest bedeckt ist, gesaugt. Phosphor- und Calciumbestimmung werden wie oben beschrieben, nur mit 2,000 g der Probe, durchgeführt. Bei der Zinkbestimmung wird nach der Neutralisation noch eine alkalische Fällung durchgeführt, dann wird erwärmt, filtriert und wie oben beschrieben weitergearbeitet. — *Vanadium-Molybdän-Reagenslösung.* Man mischt eine Lösung von 40 g Ammoniummolybdat in 400 ml Wasser und eine Lösung von 1 g Ammoniummetavanadat in 300 ml Wasser, die mit 200 ml konz. Salpetersäure versetzt ist, und verdünnt auf 1 l.

[1] An. Asoc. quím. argent. **48**, 133—139 (1960). Lab. Central, Ferrocarril General Roca, Remedios de Escalada (Argentinien). IRMGARD PFITZER

Eine röntgenfluorescenzspektrometrische Schwefelbestimmung in Benzin hat R. A. JONES[1] ausgearbeitet. Mit einem Norelco-Spektrometer mit FA-60 Wolframröhre (55 kV, 45 mA), Proportionaldurchflußzähler mit Diskriminator, Natriumchloridkristall und Heliumspülung mißt der Verf. die Schwefel-Kα-Linie bei $2\theta = 144{,}66°$ und den Untergrund bei $2\theta = 143{,}34°$. Bei Schwefelkonzentrationen bis zu 0,15% werden zweimal 50 ml der Probe abgenommen. Der einen Menge werden 5 ml einer Schwefelstandardlösung (0,13 g Schwefel/5 ml, hergestellt aus Di-tert.-butyldisulfid, aufgefüllt mit schwefelfreiem Isooctan) und der anderen 5 ml Isooctan zugesetzt. Unter der Voraussetzung einer linearen Konzentrationsabhängigkeit kann aus den Meßwerten der beiden Proben der unbekannte Schwefelgehalt errechnet werden. Bei Schwefelgehalten, die höher als 0,15% liegen, wird die Probe vor der Behandlung soweit mit Isooctan verdünnt, daß die Konzentration auf etwa 0,15% herabgesetzt wird. Abschließend gibt der Verf. noch Hinweise auf die Zählstatistik und zeigt, wie die Zählzeiten auf die einzelnen Messungen verteilt werden müssen, um eine bestimmte Genauigkeit in der optimalen Zeit zu erzielen.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 71—74 (1961). Ethyl Corp., Res. Labs., Detroit, Mich. (USA). F. ROSENDAHL

Petroläther mit einem Siedebereich unter 40°C wird von J. LOMBARDO, M. A. MOLINARI und O. A. LIRES[1] durch Verteilungschromatographie analysiert. Der Gaschromatograph ist mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor (Pt-Drähte) und 10 mV-Speedomase-Anzeigegerät ausgerüstet. Die Chromatographiersäule ist mit 5% Siliconöl DC 200 auf Pyrese-Glaspulver gefüllt. Die Trennungen werden bei etwa 30°C und einer Strömungsgeschwindigkeit von 20 ml Stickstoff/min durchgeführt. Methylpropan, n-Butan, 2,2-Dimethylpropan, Methylbutan, n-Pentan, 2,2-Dimethylbutan, 2,3-Dimethylbutan, 2-Methylpentan, 3-Methylpentan und n-Hexan wurden getrennt und durch Molekulargewichtsbestimmungen und Dampfdruckmessungen identifiziert und bestimmt.

[1] An. Asoc. quím. argent. **48**, 140—152 (1960). Dep. Quím., Comision Nacional de Energia Atomica. (Argentinien). IRMGARD PFITZER

Kleine Mengen Wasser (1—5%) in 1,1-Dimethylhydrazin, Diäthylentriamin und deren Gemische können nach H. G. STREIM, E. A. BOYCE und J. R. SMITH[1] entweder durch Messung der IR-Absorption oder gaschromatographisch bestimmt

werden. Die *Infrarotmessung* wird bei 25 ± 1° C in 1 cm-Quarzküvetten zwischen 2,2 und 1,7 μ vorgenommen. Als Bezugsprobe dient die gleiche Substanz, die über eine Kolonne, gefüllt mit Molekularsieb Linde A4, getrocknet wurde. Mit den getrockneten Verbindungen werden auch die Eichpunkte durch Zusatz bekannter Wassermengen festgelegt. — Für die *gaschromatographische* Bestimmung wird eine Mischung von 60 g Tetrahydroxyäthyläthylendiamin, welches als stationäre flüssige Phase dient, Aceton und 140 g Chromosorb W auf dem Wasserbad unter Umrühren so lange erwärmt, bis die Hauptmenge des Lösungsmittels verdampft ist. Der Rückstand wird dann 2 Std bei 100° C getrocknet. Die ausgesiebte Fraktion 30 bis 60 mesh wird in üblicher Weise in das Rohr eingefüllt. Die Probe wird durch einen Heliumstrom (200 ml/min) über die Säule, deren Temperatur 100° C beträgt, geführt. Mit 1,1-Dimethylhydrazin, Diäthylentriamin und einer 1:4-Mischung werden nach Zusatz bekannter Mengen Wasser und n-Butanol Eichkurven aufgenommen.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 85—89 (1961). Liquid Propellant Sect., Liquid Rocket Propulsion Lab., Picatinny Arsenal, Dover, N. J. (USA). G. Denk

Zur Bestimmung der thermischen Stabilität von Polymeren erhitzt C. D. Doyle[1] die gepulverten Proben (200 mg) in Porzellantiegeln mit einer Geschwindigkeit von 180° C je Stunde auf 900° C im Stickstoffstrom von 314 ml/min. Für die einzelnen Polymeren findet der Verf. Gewichtsabnahme-Temperaturkurven, deren Fläche unter der Kurve den thermischen Stabilitäten proportional ist.

[1] Analyt. Chemistry **33**, 77—79 (1961). Gen. Engng. Lab., Gen. Electr. Co., Schenectady, N. Y. (USA). Klaus Brodersen

Stickstoffbestimmung in Acrylnitril-Polymeren. J. Majewska und M. Jordan[1] haben die Eignung einiger Verfahren[2,3] zur Stickstoffbestimmung in hochmolekularen Verbindungen für die Ermittlung des Stickstoffgehalts in Acrylnitril-Polymeren überprüft und die dabei gefundenen optimalen Durchführungsbedingungen in einer Analysenvorschrift zusammengefaßt, mit der ein zuverlässiger Einklang mit den theoretisch erwarteten Werten bei guter Reproduzierbarkeit (Standardabweichungen von 0,04) erhalten werden kann. Das Verfahren ist im wesentlichen ein modifiziertes Kjeldahl-Halbmikroverfahren. Als *Katalysator* hat sich das von W. Skoda und J. Schurz[2] angegebene Gemisch (0,31 g krist. Kupfersulfat + 0,1 bis 0,14 g Quecksilber + 1,8 g krist. Natriumsulfat + 0,14 g Quecksilberoxid) als bestgeeignet erwiesen. — *Analysenvorschrift.* Die Einwaage von 0,06—0,08 g wird mit der entsprechenden Menge des Katalysators (siehe oben) vermischt, mit 8 ml konz. Schwefelsäure übergossen und im Kjeldahl-Kolben bis zur vollkommenen Zersetzung der organischen Substanz (etwa 2—3 Std) mineralisiert. Der Kolbeninhalt wird dann in einem 100 ml-Meßkolben mit Wasser zur Marke aufgefüllt. Man destilliert 10 ml dieser Lösung unter Zusatz von 5 ml 4% iger Thiosulfatlösung im Apparat nach Markham[4] 5 min länger, als zur Erreichung des Farbumschlages in der Vorlage notwendig ist. Die Absorptionsflüssigkeit besteht aus 10 ml gesätt. Borsäurelösung + 10 ml kohlensäurefreiem Wasser + 2 Tr. Tashiro-Mischindicator (35 ml gesätt. äthanolischer Lösung von Methylrot + 4 ml 1% iger äthanolischer Lösung von Methylenblau). Das Destillat wird anschließend mit 0,02 n Salzsäure zu der Färbung titriert, die eine Standardprobe (50 ml kohlensäurefreies Wasser + 1 Tr. 0,02 n Salzsäure + 2 Tr. Tashiro-Mischindicator) aufweist.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 1039—1044 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. f. künstliche und synthetische Fasern. Łódź (Polen). — [2] Skoda, W., und J. Schurz: diese Z. **162**, 259 (1958). — [3] Bartels, U.: Faserforsch. u. Textiltechn. **8**, 195 (1957). — [4] Biochemic. J. **36**, 790 (1942); vgl. Klingmüller, V.: diese Z. **131**, 17 (1950). M. Hăivnáč

Namen- und Sachverzeichnis des 184. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abdel-Wahab, M. F., und S. A. El-Kinawi, Paper Chromatography of Unsaturated Fatty Acids in Linseed Oil Using ^{131}I 40 [Or]

Abdullaev, A. A., E. M. Lobanov, A. P. Novikov, M. M. Romanov und A. A. Chaidarov, Bestimmung von Indium in Sphalerit 142

Abel jr., G. J., Bestimmung von Germanium 379

Abernethy, R. J., siehe Kade, H.

Abubacker, K. M., siehe Malik, W. U.

Ackermann, G., Verwendung des Ringofens zur Schwermetallspurenanalyse in Alkali- und Erdalkalilösungen 123

Aczel, T., und H. E. Lumpkin, Beziehungen zwischen Massenspektren und Struktur aromatischer Alkohole und Phenole 67

Adams, D. F., und R. K. Koppe, Spektralphotometrische Fluoridbestimmung in der Luft mit dem „Mini-Adak-Analyzer" 453

Adams, D. F., R. K. Koppe und N. E. Matzek, Spektralphotometrische Fluoridbestimmung in der Luft 453

Adams, R. N., D. E. Walker und A. L. Juliard, Wechselstrompolarographie an festen Elektroden 282. — Siehe auch Olson, C.

Adamski, T., und C. Deptuła, Abtrennung von Uran in Gegenwart größerer Mengen Sulfationen von Fe, Cr, Al, Mg, Zn, Ni, Cd und anderen Elementen 377

Agrinier, H., Bestimmung von Beryllium in Gesteinen und Böden 204

Aksanowski, R., siehe Wierzchowski, Z.

Alfonsi, B., Bestimmung von Blei und Zinn in Pb-Sn-Legierungsloten 200

Altshuller, A. P., und I. R. Cohen, Colorimetrische Bestimmung von konjugierten Olefinen aus der Atmosphäre und aus Abgasen 297

Amaral, J. R., siehe Feigl, F.

Analytical Methods Committee, Zerstörung von organischen Stoffen zwecks Spurenbestimmung metallischer Verunreinigungen 58

Anderson, C. J., siehe Campbell, P. F.

Andreeva, I. Ju., siehe Fratkin, Z. G.

Andreoli, A. J., siehe Nakada, H. I.

Angeli, M., siehe Robert, M.

Annecchiarico, F. J., siehe Natelson, S.

Annis, J. L., siehe Lindeman, L. P.

Arribas-Jimeno, S., und S. Martínez-Menéndez, Analyse von Metallen, Legierungen und Verbindungen ohne Zerstörung 454

Asatoor, A. M., Bestimmung der 2,4-Dinitrophenylderivate von Aminen 290

Asensi-Mora, G., Chelometrische Titration Seltener Erden 375

Ashton, F. C., Bestimmung von Dichlorophen in Textilien 320

Ashworth, M. R. F., Bestimmung von Hydrazin mit Selendioxid 447

Asmus, E., J. Kraetsch und D. Papenfuss, Photometrische Bestimmung von Pyridin in Alkohol 25 [Or]

Astudillo, M. D., siehe Gárate, M. E.

Athavale, V. T., S. V. Gulavane und M. M. Tillu, Bestimmung von Kobaltspuren in Nickel 136

Athavale, V. T., M. N. Nadkarni und C. Venkateswarlu, Bestimmung des Titans in Stahl 134

Ayers, B. O., siehe Loyd, R. J.

Ayres, G. H., und S. S. Baird, Nachweis verschiedener Kationen und Anionen sowie tertiärer aliphatischer Amine und Pyridine 126

Baasch, D., siehe Schmidts, W.

Bădoiu, R., siehe Căţoiu, E.

Badrinas, A., siehe Bermejo, F.

Baer, E., D. Buchnea und T. Gróf, Papierchromatographische Trennung homologer Phosphatide 227

Baird, S. S., siehe Ayres, G. H.

Balász, L., siehe Pungor, E.

Ball, J. S., siehe Helm, R. V.

Ball, R. G., siehe Manning, D. L.

Ballczo, H., Die besten Möglichkeiten der Fluorbestimmung organischer Verbindungen (Berichtigung) 240

Banascak, L. J., siehe McDonald, H. J.
Banerjee, G., Bestimmung von Thorium mit SPADNS 376
Banerjee, S., siehe Das, J.
Barak, A. J., siehe Mockler, M. P.
Baranov, V. I., und L. V. Gorbušina, Bestimmung des Gehaltes radioaktiver Blei- und Wismutisotope in Grubenluft 452
Bardzicka, B., und A. Krauze, Colorimetrische Borbestimmung in Pflanzen mit Chinalizarin 79
Barnes, W. J., siehe Parker, C. A.
Barnett, G. A., siehe Milner, G. W. C., sowie Wilson, J. D.
Barrachina-Gómez, M., L. Gascó-Sánchez und R. Fernández-Cellini, Untersuchung der Bestimmung von Aluminium in Gegenwart von Eisen mit Eriochromcyanin 375
Bártfay, J., Bestimmung der Gärungscitronensäure 235
Bartlett, F. D., und J. R. Neller, Bestimmung von Sulfat in Bodenextrakten 312
Baškova, L. F., siehe Kovalenko, P. N.
Basova, E. P., siehe Šubina, S. B.
Beauxis, J. O., siehe Lumpkin, H. E.
Beckmann, R., und H. H. Kampf, Bestimmung von N-Phthalylglutaminsäureimid im Blut und in nichtbiologischen Flüssigkeiten 236
Behr, A., M. L. Blanchet und L. Malaprade, Colorimetrische, volumetrische und flammenphotometrische Bestimmung der Hauptbestandteile von Silicaten 202
Beitsch, N., siehe Sass, S.
Belcher, R., und G. Ingram, Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in fluorhaltigen Verbindungen 286
Beloglavek, O., siehe Šajch, L.
Ben-Bassat, A. H. I., und Y. Sa'at, Photometrische Bestimmung von Kupfer mit 2,4-Pentandiketon-dioxim 371
Benedetti-Pichler, A. A., siehe Mahon, J.
Benisz, J., J. Koszelski und J. Stoch, Kernplattenmethode zur Bestimmung der Thoriumkonzentration in verschiedenen Stoffen 444
Benne, E. J., und E. I. Linden, Bestimmung von Molybdän in Pflanzen 312
Berák, L., und J. Münich, Trennung des Strontiums von Calcium durch selektive Fällung von Strontiumsulfat 443
Beran, P., J. Číhalík, J. Doležal, V. Simon und J. Zýka, Bestimmung von Zinn in Blei 456
Berger, K. G., N. D. Sylvester und D. M. Haines, Bestimmung von Antioxydantien in Fetten 214
Berglund, F., und B. Sörbo, Turbidimetrische Bestimmung von anorganischem Sulfat in Serum, Plasma und Urin 225
Berisso, B., Identifizierung und Unterscheidung von Piperazin, Pyrazin, Pyridazin und Pyrimidin durch Mikrokristallfällung 68
Bermejo, F., A. Badrinas und A. Prieto, Anwendung von Fluorescenz- und Chemiluminescenz-Indicatoren bei der chelometrischen Volumetrie 285
Bernhard, R. A., Untersuchung der Zusammensetzung des Citronenöls 149. — Siehe auch Clark, J. R.
Bevenue, A., and K. T. Williams, Papierchromatographische Untersuchung von säurebehandeltem Sedoheptulosan 293
Bhatia, B. B., siehe Kolthoff, I. M.
Biedebach, F., und G. Manns, Prüfung auf Digitoxin in Tabletten 390
Bigot, L., siehe Renault, J.
Billingham jr., E. J., siehe Jordan, J.
Bird, L. L., siehe McCue, J. C.
Birks, F. T., Spektrographische Bestimmung von Aktinium und Radium 51
Bishara, S. W., siehe Khalifa, H.
Bladh, E., und P.-O. Gedda, Bestimmung von Kalium im Serum 221. — Siehe auch Karrman, K. J.
Blake, G. G., Papierchromatographische Anordnung zur konduktometrischen Gehaltsbestimmung von Elektrolyten in papierchromatographischen Flecken 436
Blake, M. I., und R. E. O'Neill, Bestimmung von Ascaridol in Chenopodiumöl 149
Blanchet, M. L., und L. Malaprade, Titration von Eisen und Titan nebeneinander, besonders im Ilmenit 205. — Siehe auch Behr, A.
Blank, A. B., Bestimmung von Verunreinigungen der Reagentien bei der Spurenanalyse 123
Blay, J. A., Bestimmung von Uran aus Mineralien und Extraktionsrückständen 376
Blazejak-Ditges, D., Untersuchung über die Vollständigkeit der Erfassung

von Schwefel in Hüttenprodukten nach verschiedenen Verbrennungsverfahren 134
Blinn, R. C., Herstellung von Natriumdiphenylreagens zur Spurenbestimmung von organisch gebundenem Chlor 60
den Boef, G., W. J. de Jong, G. C. Krijn und H. Poppe, Spektrophotometrische Bestimmung von Chrom-(III) mit ÄDTA 54
Boëtius, M., siehe Gutbier, G.
Bognár, J., und O. Jellinek, Nachweis von Kobalt durch katalytische Beeinflussung von Reaktionen 450
Bogoslavskij, B. M., Titration saurer Azofarbstoffe 319
Bojin, S., Einfacher Apparat zur Neutronenanalyse von Bor 374
Boling, E. A., siehe Vaughan, R. E.
Bolzan, J. E., Bestimmung der metallischen Additive in Schmierölen des Typs HD 462
Bonnichsen, R., siehe Dyfverman, A.
Booman, G. L., siehe Maeck, W. J.
Boudergues, R., Spektrographische Bestimmung von Niob und Tantal in Niobo-Tantaliten 143
Boulin, R., siehe Pontet, M.
Boyce, E. A., siehe Streim, H. G.
Brabencová, H., siehe Stárka, L.
Bradley, D. B., Trennung von in Tomatenpüreefiltrat enthaltenen organischen und anorganischen Säureanionen 75
Brandštetr, J., und J. Vřešťál, Photometrische Bestimmung von Ruthenium(III) mit Acetylaceton 451
Brandt, W. W., siehe Duswalt, A. A., sowie Meloan, C. E.
Brauer, G. M., siehe Strassburger, J.
Braunsdorf, K., Bestimmung des Eigehaltes in Eierteigwaren 384
Bredel, H., Quantitative Beziehungen zwischen der Peakfläche und der C-Zahl 62
Bressau, G., siehe Schormüller, J.
Breyer, B., und S. Hacobian, Kalomelbezugselektrode 151
Breyer, R., siehe Ma, T. S.
Bril, K., und S. Holzer, Bestimmung von Uran in Zirkoniumerzen 456
Brinn, J., Schnellbestimmung des Kupfers in Letternmetall und Lagermetall auf Bleibasis 199
Brjuškova, I. I., siehe Gelman, N. E.
Bruninx, H., siehe Hardon, H. J.
Brunisholz, G., und J. P. Quinche, Chromatographische Analyse der Gemische Seltener Erden 50
Buchnea, D., siehe Baer, E.
Buck, M., Eine Methode zur raschen photometrischen oder titrimetrischen Gesamtschwefelbestimmung in biologischem Material 427 [Or]
Büchi, J., und G. Schumacher, Technik der chromatographischen Prüfung auf Alkaloide 393
Büscher, F. J., siehe Kaufmann, H. P.
Burden, E. H. W. J., siehe Halliday, J. H.
Burg, R. A., und H. F. Conaghan, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Mineralien und Wasser 204
Burger, K., und E. Schulek, Bestimmung ungesättigter Aldehyde mit Bromchlor als Maßlösung 64. — Siehe auch Schulek, E.
Burns, E. A., Spektrophotometrische Bestimmung von Chlorat in Ammoniumperchlorat 460
Burns, E. A., und R. F. Muraca, Bestimmung von Perchlorat in für pyrotechnische Zwecke verwendetem Ammoniumperchlorat 210
Burriel-Martí, F., siehe Gárate, M. E., sowie Pino-Pérez, F.
Burt, J. R., siehe Jones, N. R.
Buyske, D. A., und V. Downing, Spektralphotometrische Bestimmung von Cyanamid 312. — Siehe auch Peets, E. A.

Cabell, M. J., und I. Milner, Tennung von Niob und Tantal an Ionenaustauschern 305
Campbell, P. F., M. H. Ortner und C. J. Anderson, Thermisches Verhalten der Oxide und Nitrate einiger Metalle 441
Capacho-Delgado, L., siehe Ramírez-Muñoz, J.
Căţoiu, E., R. Bădoiu und V. Drăguţ, Bestimmung von Stickstoff und Sauerstoff im Titanschwamm 302
Cavanagh, L. A., siehe Coulson, D. M.
Čerkesov, A. I., Anwendung halochromer Additionsverbindungen von Azofarbstoffen und Schwefelsäure 320
Černichov, Ju. A., und V. M. Vladimirova, Amperometrische Zirkoniumbestimmung in Nioblegierungen 456
Chaidarov, A. A., siehe Abdullaev, A. A.

Chambers, M. E., siehe Morris, D. F. C.
Chan, Chian-Seng, siehe Kum-Tatt, Lee
Chandra, K. S., siehe Chowdhury, D. K.
Chaturvedi, R. K., siehe Ramaiah, N. A.
Cheng, H. H., und L. T. Kurtz, Störungen durch Mangan bei der Bestimmung von austauschbarem Magnesium im Boden 206
Cheronis, N. D., und J. B. Entrikin, Hydrierungsvorrichtung 295
Chou, T. C., und J. Tobias, Bestimmung von reduzierenden Zuckern in Eiscreme 71
Chowdhury, D. K., Aufklärung der Konjuensäure des Samenöls von Trichosanthes anguina 216
Chowdhury, D. K., K. S. Chandra und B. K. Mukherji, Zusammensetzung von Fettsäuren des Samenöles von Trichosanthes anguina 216
Chundela, B., siehe Turek, J.
Church jr., C. L., siehe Ginn, M. E.
Chwaliński, S., und W. Skorupski, Analyse von Paraformaldehyd 293
Ciampa, G., siehe Covello, M.
Číhalík, J., siehe Beran, P.
Citovič, I. K., Bestimmung von Nitrat in Salpetern durch Kationenaustauscher 139
Clark, J. R., und R. A. Bernhard, Untersuchung von sauerstoffhaltigen Verbindungen in Citronenöl 385
Cluley, H. J., und P. M. C. Proffitt, Analyse von Wismuttellurid sowie seinen Legierungen für thermoelektrisches Material 131
Cocozza, E. P., Bestimmung von Indium und Zinn in Glycerin enthaltenden Bädern 311
Cörmös, D., siehe Liteanu, C.
Cohen, E. M., siehe Lordi, N. G.
Cohen, I. R., siehe Altshuller, A. P.
Coleman, N. T., siehe Hunter, A. H.
Coleman, R. F., Bestimmung von Spurenmengen durch Aktivierungsanalyse mit schnellen Neutronen 283
Conaghan, H. F., siehe Burg, R. A.
Conner, A. Z., siehe Zubyk, W. J.
Cooke, F., siehe Shanahan, C. E. A.
Cooper, J. A., und M. J. Vernon, Colorimetrische Bestimmung von Thorium mit 2-(p-Sulfophenylazo)-1,8-dihydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure 376
Cornet, C., siehe Trémillon, B.
Coulson, D. M., und L. A. Cavanagh, Automatischer Chloridanalysator für Chloridbestimmungen in organischen Substanzen 61
Covello, M., und G. Ciampa, Papierchromatographische Entwicklung der Alkaloide von Withania somnifera 396
Crăciuneanu, R., siehe Popper, E.
Crawley, R. H. A., siehe Smith, J. F. W.
Cregeen, W. A., Spektralanalytische Untersuchung kleiner Proben für forensische Zwecke 240
Cross, A. H. J., R. A. Hendey und S. G. E. Stevens, Bestimmung von Nitrofurazon in Futtermischungen 220
Čtvrtník, J., siehe Maturová, M.
Čumačenko, M. N., und V. P. Mirošina, Mikrobestimmung von Halogenen und Schwefel in organischen Substanzen 60
Curea, E., siehe Grecu, I.
Cyrankowska, M., Polarographische Bestimmung von Zinn in Gegenwart von Blei, Thallium, Arsen und Antimon und Bestimmung kleiner Mengen Zinn im Blei 455

Dahmen, E. A. M. F., siehe van Meurs, N.
Das, J., und S. Banerjee, Gravimetric Determination of Beryllium with Acetoacetanilide 110 [Or]
Datta, S. K., Indicator für die komplexometrische Titration von Zirkonium 51
Datta, S. K., und S. N. Saha, Spectrophotometric Studies on the Zirconium Complex of 2-(3,6-Disulfo-8-hydroxynaphthylazo)-1,8-dihydroxynaphthalene-3,6-disulfonic Acid 177 [Or]
Dave, J. S., und A. R. Patel, Gravimetrische Bestimmung von Kupfer 47
Davídek, J., Verwendung von Polyamidpulver zur Chromatographierung von Flavonoiden 295
Davis, P. M., siehe Sass, S.
Davis, S. M., siehe Voorhies, J. D.
De, A. K., und S. K. Majumdar, Cation Exchange/Behaviour of Mercury(II) on Dowex 50W-X8. Separation from Mixtures 356 [Or]. — Siehe auch Khopkar, S. M.
Debras-Guédon, J., I. A. Voinovitch und M. Lancelot, Analyse von Emaillen und anderen keramischen Produkten, die Antimon, Zirkonium oder Kobalt enthalten 144

Delahay, P., Berechnungen zur Polarographie irreversibler Systeme an festen Elektroden 281
Dellweg, H., siehe Weygand, F.
Denissen, R., siehe Wachsmuth, H.
Denney, D. B., siehe Ross, S. T.
Deptuła, C., siehe Adamski, T.
Desbaumes, P., siehe Deshusses, J.
Deshusses, J., und P. Desbaumes, Prüfung der Qualität von Bienenwachsen 315
Dévoré, P., siehe Robin, J.
Dewasnes, P., siehe Robin, J.
Deys, H. P., Farbreaktion zur Identifizierung von Herzglykosiden und Aglykonen 393
Dmochowski, A., T. Krajewski und H. Urbanek, Bestimmung von Phosphor in biologischem Material 224
Doerffel, K., Fehlerrechnung und Statistik in der Analytischen Chemie. III. Auswertung und Anlage von Gemeinschaftsversuchen 81 [Or]
Dolejšek, Z., O. Grubner, V. Hanuš, I. Kössler, B. Matyska und J. Vodehnal, Analytische Verfolgung der Rektifizierung von Isopren 289
Doležal, J., siehe Beran, P.
Downing, V., siehe Buyske, D. A.
Doyle, C. D., Bestimmung der thermischen Stabilität von Polymeren 464
Drăguț, V., siehe Căṭoiu, E.
Drevon, B., und J. Laur, Extraktion saurer Farbstoffe mit quartären Ammoniumbasen 383
Dubrovskaja, T. F., siehe Filippova, N. A.
Duerr, J. D., und B. A. Pappas, Bestimmung von Prednisolon allein oder in Gegenwart von Hydroxyzin u. a. 392
Le Duigou, Y., siehe Lauer, K. F.
Dukes, E. K., und R. M. Wallace, Bestimmung kleiner Konzentrationen von Stickstoffwasserstoffsäure und Eisen(III)-ion 447
Dumazert, C., und C. Ghiglione, Gaschromatographie mit Wasser- oder Lösungsmitteldampf als beweglicher Phase 121
Dumitrescu, N., Z. Ionescu, A. Grigorescu und I. Siraev, Nachweis und Bestimmung von Schwefelwasserstoff in der Atmosphäre von Arbeitsräumen mit Detektorröhrchen 297
Duswalt, A. A., und W. W. Brandt, Gaschromatographische Kohlenstoff-Wasserstoff-Bestimmung in organischen Substanzen 285
Duval, J., Standardisierung und allgemeine Normvorschriften für die chemische Analyse 279
Dvořák, J., siehe Řezáč, Z.
Dybing, F., Identifizierung von Barbitursäurederivaten in toxikologischen Fällen 400
Dyfverman, A., und R. Bonnichsen, Bestimmung von Arsen in biologischem Material 398
Dziedzianowicz, W., Goldbestimmung mit Quecksilber(I)-chlorid 372

Eberhardt, F., Bestimmung von verschiedenen Cumarinen in Pflanzen 211
Ebing, W., siehe Fischer, W.
Eckhard, S., siehe Koch, W.
Eddy, R. D., siehe Spell, H. L.
Egan, H., und W. H. Evans, Bestimmung des Pesticids Thiodan neben Endrin in schwarzen Johannisbeeren 147
Eguchi, T., siehe Yasumori, Y.
Eisdorfer, I. B., und W. C. Ellenbogen, Trennung der Derivate von Chlorpromazin 155
Elinson, S. V., und A. T. Rezova, Bestimmung von Alkalimetallen und Halogeniden in Zirkoniumdioxid 208
El-Kinawi, S. A., siehe Abdel-Wahab, M. F.
Ellenbogen, W. C., siehe Eisdorfer, I. B.
Elliott, G., und J. A. Radley, Fluorimetrische Bestimmung von Bor 444
Elving, P. J., und D. L. Smith, Graphitelektrode bei voltammetrischen und chronopotentiometrischen Messungen 438
Endres, H., siehe Grasmann, W.
Entrikin, J. B., siehe Cheronis, N. D.
Eschnauer, H., und R. Neeb, Bestimmung von Thallium in Wein 69
Evans, W. H., siehe Egan, H.
Eynon, L., siehe Lane, J. H.

Fehn, H., Nachweis von Epoxyharzen auf der Basis aromatischer Amine 218
Feigl, F., Zum 70. Geburtstag 1. — Nachweis von Chromat neben Dichromat 448
Feigl, F., und J. R. Amaral, Bestimmung von Verbindungen, die beim Erhitzen Wasser und Ammoniak abspalten 291
Feldheim, W., Bestimmung von Vitamin E in Lebensmitteln 78
Ferguson, W. C., siehe Howald, H. E.

Fernández-Cellini, R., siehe Barrachina-Gómez, M.
Ferrin, C. R., siehe Helm, R. V.
Filipic, V. J., und C. L. Ogg, Bestimmung von Butylhydroxyanisol und Butylhydroxytoluol in Kartoffelflocken 74
Filippova, N. A., und T. F. Dubrovskaja, Verwendung von ÄDTA bei der Analyse von Bleiakkumulatorfüllungen und von Mennige 136
Fischer, F., und G. Siebert, Bestimmung von Phosphatasen im Serum 239
Fischer, K., und J. Näther, Bestimmung von kleinen Wassermengen in gefriergetrockneten Substanzen 397
Fischer, W., und W. Ebing, Infrarotspektrometrische Bestimmung von Insecticidgemischen, speziell Lindan, Endrin, Dieldrin und p,p'-DDT 259 [Or]
Fishman, W. H., und S. Green, Bestimmung von Glucose 151/152
Flaschka, H., und A. Holasek, Titration von Kalium 221
Fletcher, M. H., Reaktion von 2,2',4'-Trihydroxyazobenzol-5-sulfonsäure mit Zirkonium 380
Florini, J. R., siehe Peets, E. A.
Florkowski, T., L. Górski und L. Jurkiewicz, Nachweis radioaktiver Verunreinigungen in der Atmosphäre als Folge von Kernexplosionen 452
Fodiman, Z. I., und Ä. S. Levin, Polarographische Kontrolle bei der Herstellung von Kontaktanthrachinon 67
Föcking, O., siehe Hörhammer, L.
Forrester, J. S., und J. L. Jones, Bestimmung von Eisen, Nickel und Vanadium in Erdölen 313
Forziati, A. F., siehe Strassburger, J.
Foster, A. G., und W. J. Williams, Überprüfung der Bestimmungsmethoden für Kobalt 57
Foster, J. S., und J. W. Murfin, Trennung und Bestimmung organischer Basen 386
Fox, R. J., J. W. Robinson und E. W. Seefield, Bestimmung von Kohlenstoff auf nichtleitenden Katalysatoren der erdölverarbeitenden Industrie 80
Franc, J., Photodetektor für die Gaschromatographie 122
Franz, H., siehe Wolf, L.
Fratkin, Z. G., und I. Ju. Andreeva, Bestimmung der Beimengungen in hochreinem Schwefel 457
Fratkin, Z. G., und N. G. Polivanova, Bestimmung von Verunreinigungen in Selen 132
Fred, M., N. H. Nachtrieb und F. S. Tomkins, Bestimmung von Aktinium und Radium mit der spektrographischen Kupferfunken-Methode 51
Friedeberg, H., Bestimmungsmethoden mit Dithizon 374
Friedman, D., siehe Heitner-Wirguin, C.
Frisque, A. J., Korrekturformel zur Berücksichtigung des Matrixeffektes bei spektrochemischen Analysen 434
Frumina, N. S., und I. S. Mustafin, Redoxindicator für Titrationen in alkalischem Medium 125
Fürst, W., und W. Poethke, Argentometrische Bestimmung von Allylsenföl in alkoholischer Lösung oder in Semen Sinapis 385
Fujita, M., siehe Kori, S.
Fukker, K., und A. J. Hegedüs, Polarographische Bestimmung von Eisenspuren in Molybdän und seinen Verbindungen 458

Gänshirt, H., und K. Morianz, Bestimmung von Methyl- und Propylestergemischen der p-Hydroxybenzoesäure 388
Gail Gillespie, K., siehe Kane, P. F.
Gale, R. H., siehe Vozzella, P. A.
Gárate, M. E., M. D. Astudillo und F. Burriel-Martí, Bestimmung von Antimon in Legierungen 454
Gardner, K., und K. C. Overton, Gaschromatographische Bestimmung von 4-Chlor-2-methylphenoxyessigsäure in Herbiciden 148
Gascó-Sánchez, L., siehe Barrachina-Gómez, M.
Gedda, P.-O., siehe Bladh, E., sowie Karrman, K. J.
Gelman, N. E., Ven-Yun Van und I. I. Brjuškova, Bestimmung von Sauerstoff in organischen Verbindungen 287
Gerarde, H. W., und P. Skiba, Bestimmung von Kerosin im Blut 399
Ghielmetti, G., Prüfung auf Alkaloide in galenischen Präparaten 393
Ghiglioné, C., siehe Dumazert, C.
Giebler, G., Vergleichende Untersuchungen der zur Bestimmung von Aluminiumionen im Wasser gebräuchlichen Methoden 401 [Or]
Giesecke, W., siehe Rühlmann, K.

Gilbert, D. D., und E. B. Sandell, Abtrennung von Zinn durch Extraktion des Zinn(IV)-jodids mit Benzol 446
Gilchrist, R., und E. Wichers, Trennung von Rhodium und Iridium 381
Ginn, M. E., C. L. Church jr. und J. C. Harris, Bestimmung von Polyoxyäthylen in nichtionogenen oberflächenaktiven Stoffen 317
Gjems, O., Komplexometrische Titration von Calcium, Magnesium und Mangan 48
Gochstein, Ja. P., Oscillographische Polarographie bei der industriellen Produktionskontrolle von Lösungen 439
Görlich, B., Wertbestimmung der herzaktiven Glykoside von Scilla maritima L. var. alba 152
Gohlke, R. S., Einsatz eines Massenspektrometers in der Gaschromatographie 121
Goldin, A. S., siehe Velten, R. J.
Goldina, C. A., siehe Vaskevič, D. N.
Gorbušina, L. V., siehe Baranov, V. I.
Górski, L., siehe Florkowski, T.
Gottlieb, S., und P. B. Marsh, Bestimmung von Dichlorophen 320
Graber, K., siehe Schrenk, W. G.
Gräbner, H.-J., Potentiometrisches Verfahren zur Bestimmung geringer Borgehalte in Stählen 327 [Or]
Grassmann, W., H. Hörmann und H. Endres, Darstellung von DNP-Derivaten 290
Grassmann, W., H. Hörmann und H. v. Portatius, Chromatographie aromatischer Nitroverbindungen an Polyamid 67
Grecu, I., und E. Curea, Bestimmung von Piperazin 296. — Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 391
Green, S., siehe Fishman, W. H.
Griffith, C. B., siehe Mallett, M. W.
Grigorescu, A., siehe Dumitrescu, N.
Gróf, T., siehe Baer, E.
Grote, I. W., Identifizierung von Diuramid 153
Grove, E. L., und W. S. Jeffery, Untersuchung von Lösungsmitteln zur Hochfrequenztitration schwacher Säuren 282
Grubner, O., siehe Dolejšek, Z.
Guertal, C. R., siehe Moore, H. P.
Gulavane, S. V., siehe Athavale, V. T.
Gupta, J., siehe Rajan, K. S.
Gutbier, G., und M. Boëtius, Bestimmung von Stickstoff in organischen Substanzen 59
Guttmann, W., und G. Müller-Uri, Spektrochemische Lösungsanalysen und ihre Reproduzierbarkeit 280
Gwóźdź, R., und S. Siekierski, Chromatographische Trennung verschiedener Oxydationsstufen von Plutonium 378

Habgood, H. W., und W. E. Harris, Retentionstemperatur und Säulenwirkungsgrad bei der temperaturprogrammierten Gaschromatographie 120
Hacobian, S., siehe Breyer, B.
Hadjioannou, T. P., siehe Malmstadt, H. V.
Hadorn, E., und A. Kühn, p_H-Werte und Fluorescenzintensität von verschiedenen Cumarinen 212
Haerdi, W., siehe Monnier, D.
Hahn, F. L., Eisenprobe durch automatische Anreicherung an einer kleinen Reagensfläche 449
Hahn, G., siehe Jayme, G.
Haines, D. M., siehe Berger, K. G.
Halász, I., und G. Schreyer, Capillarkolonnen-Gaschromatographie 121
Hall, R. J., Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Fluor 225
Hallden, N. A., und J. H. Harley, α-Scintillations-Zähltechnik mit hoher Zählausbeute und niedriger Nullrate 283
Halliday, J., siehe Ogden, C. P.
Halliday, J. H., E. H. W. J. Burden und J. J. Lamont, Bestimmung der fettfreien Milchtrockensubstanz 75
Hamaguchi, H., R. Kuroda und R. Negishi, Spektrochemische Bestimmung von Elementen geringer Konzentration in Gesteinen mit zwei Bezugselementen 137
Hansen, W. R., M. W. Mallett und M. J. Trzeciak, Bestimmung von Sauerstoff in Titan 201
Hanuš, V., siehe Dolejšek, Z.
Happ, G. P., siehe Moore, J. E.
Hardon, H. J., H. Brunink und E. W. van der Pol, Colorimetrische Bestimmung von Triphenylzinn-Resten auf Pflanzen 79
Harley, J. H., siehe Hallden, N. A.
Harris, J. C., siehe Ginn, M. E.
Harris, W. E., siehe Habgood, H. W.

Hartkamp, H., Photometrische Silberbestimmung 98 [Or]
Haslam, J., A. R. Jeffs und H. A. Willis, Gaschromatographie von Milligrammengen unbekannter Substanzgemische in der Industrie der plastischen Massen 122
Hecker, E., Verfahren zur multiplikativen Extraktion 441
Hegedüs, A. J., siehe Fukker, K.
Heimer, M., siehe Spauszus, S.
Heinze-Weiss, M., Bestimmung von Blausäure nach der Seifertschen Testfleckenmethode 240
Heitner-Wirguin, C., und D. Friedman, Einfluß von Chloridionen auf die Nitratbestimmung nach Leithe 53
Helm, R. V., D. R. Latham, C. R. Ferrin und J. S. Ball, Bestimmung von Carbazol und seinen Homologen im Wilmington-Petroleum 213
Hendey, R. A., siehe Cross, A. H. J.
Hennig, H., siehe Wolf, L.
Hess, W. C., siehe Papadopoulos, N. M.
van de Heuvel, J. M., und S. K. Wadman, Bestimmung von Phenylalanin im Serum durch Papierchromatographie bei erhöhter Temperatur 230
Hibbs, J. M., und G. W. McDonald, Flammenphotometrische Natriumbestimmung in Erdalkalicarbonaten 139
Hietala, P., Verfahren zur multiplikativen Extraktion 441
Higgs, D. G., Bestimmung von Bor in Molybdänlegierungen 302
Hippe, Z., siehe Jedliński, Z.
Hirn, C. F., siehe Lucchesi, C. A.
Hochstein, L. I., siehe Nakada, H. I.
Hörhammer, L., H. Wagner und O. Föcking, Chromatographische Trennung von Rutin und Arbutin aus einem Arzneigemisch an Polyamidpulver 389
Hörmann, H., siehe Grassmann, W.
Hoffmann, J. I., Fällungen mit Oxin 284
Hofmann, H., und G. Jander, Qualitative Analyse 278 [L]
Holasek, A., siehe Flaschka, H.
Holcomb, H. P., und J. H. Yoe, Bestimmung von Uran und Thorium nebeneinander in Erzproben mit Arsenazo 377
Holzer, S., siehe Bril, K.
Horrocks, E., siehe Levine, J.
Horwatitsch, H., siehe Kainz, G.
Horwood, J. L., Bestimmung von Uran und Thorium in Erzen aus den Gammastrahlenspektren 141
Houpt, P. M., und R. A. F. Winia, Lösen von sehr reinem Aluminium in Salzsäure 49
Howald, H. E., W. C. Ferguson und L. R. Snyder, Bestimmung von Bleitetraäthyl und Bleitetramethyl in Benzinen 213
Hromádková, V., siehe Novák, M.
Huff, G. A., Rückgewinnung von Uran aus Edelstahl-Urandioxid-Brennstoffelementen 137
Hulanicki, A., Bestimmung von mg-Mengen Kupfer in Gegenwart von Eisen 442
Hume, D. N., siehe Hummelstedt, L. E. I.
Hummelstedt, L. E. I., und D. N. Hume, Photometrische Titration schwacher Säuren im nichtwäßrigen Medium 441
Humoller, F. L., siehe Mockler, M. P.
Hunter, A. H., und N. T. Coleman, Bestimmung von kleinen Mengen Aluminium, Mangan, Kobalt, Kupfer, Eisen, Molybdän und Zink in Pflanzen 461
Huré, J., siehe Trémillon, B.
Hutchinson, R., siehe Towndrow, E. G.

Ibrahim, R. K., und G. H. N. Towers, Trennung und Identifizierung von pflanzlichen Phenolsäuren 313
Ichihara, A., M. Ogata und M. Suda, Bestimmung von Lysinen durch Lysinoxydase und Lysinracemase 230
Idleman, J. A., siehe McKenna jr., T. A.
Iguchi, M., A. Niskiyama und Y. Nagase, Gaschromatographische Prüfung der Pharmaceutica auf Arsen 149
Inuma, H., und T. Yoshimori, Bestimmung von 1—50 μg Bor 49
Imai, J., siehe Yamazoe, F.
Ingram, G., und B. A. Toms, Bestimmung von elementarem Schwefel 380. — Siehe auch Belcher, R.
Iohan, F., Trennung und Identifizierung von Toluidinisomeren in Gegenwart von Nitro-p-toluidinen 294
Ionescu, Z., siehe Dumitrescu, N.
Irudayasamy, A., und A. R. Natarajan, Bestimmung von Diazinon 294
Itsuki, K., und M. Nagao, Bestimmung von Zink und Blei in Erzen 140

Jacobson, W. C., siehe Wiseman, H. G.
Jagodin, G. A., und O. A. Mostovaja, Extraktion von Zirkonium und Hafnium aus salpeter- und schwefelsauren Lösungen 52
Jahn, C., siehe Powell, A. R.
Jakovlev, Ju. V., siehe Rakovskij, E. E.
Jakovlev, P. Ja., und G. V. Kozina, Bestimmung von Bor in Stählen und Legierungen 304
Jakovljevic, I. M., Bestimmung von Vitamin A in verschiedenen Produkten 76
Jamieson, G. R., Gaschromatographie organischer Verbindungen 61. — Gaschromatographische Untersuchung aliphatischer Ester 62
Jander, G., und H. Spandau, Kurzes Lehrbuch der anorganischen und allgemeinen Chemie. 6. Aufl. 118 [L]. — Siehe auch Hofmann, H.
Jarczynski, R., siehe Kiermeier, F.
Jayme, G., und G. Hahn, Bestimmung reduzierender Zucker, Uronsäuren und ähnlicher Verbindungen 65
Jedliński, Z., Z. Hippe, I. K. Kokot und K. Uhacz, Bestimmung der Toxicität von wachstumshemmenden Farbanstrichen 148
Jeffery, J. E., E. V. Partlow und W. J. Polglase, Bestimmung von Zuckern in Holzcellulosehydrolysaten 315
Jeffery, P. G., und A. D. Wilson, Verwendung geschlossener Umlaufsysteme zur Bestimmung von Feuchtigkeit, Gesamtwasser, Kohlendioxid und Gesamtkohlenstoff in Silicaten und Mineralien 203
Jeffery, W. S., siehe Grove, E. L.
Jeffs, A. R., siehe Haslam, J.
Jellinek, O., siehe Bognár, J.
Jirkosvký, R., Bestimmung des Aschengehaltes der Kohle und des Metallgehaltes der Eisenerze durch Beta-Rückstrahlung 35 [Or]
Joan, C., siehe Simionovici, R.
Johnson, R., siehe Schrenk, W. G.
Jones, C. E. R., und G. E. J. Reynolds, Bestimmung von Quecksilber in Vinylestern 80
Jones, F. E., Bestimmung von Carbonat in Schlacken 207
Jones, J. L., siehe Forrester, J. S.
Jones, N. R., und J. R. Burt, Trennung und Bestimmung von Zuckerphosphaten aus Gewebsextrakten 235
Jones, R. A., Bestimmung von Schwefel in Benzin 463
Jones, R. N., und M. A. MacKenzie, Deuteriumbestimmung 371
Jones, W. F., Nachweis von Chromat und Dichromat nebeneinander 448
Jong, W. J. de, siehe den Boef, G.
Jordan, J., und E. J. Billingham jr., Thermometrische Titration von Calcium neben Magnesium 443
Jordan, M., siehe Majewska, J.
Juliard, A. L., Wechselstrompolarographie an festen Elektroden 282. — Siehe auch Adams, R. N.
Jung, Z., und H. Petříková, Bestimmung der Rauwolfia-Alkaloide 158
Jurist, I. M., und P. G. Šachova, Bestimmung von Blei in Tetrafluoroborsäure 211
Jurkiewicz, L., siehe Florkowski, T.
Jurzysta, M., siehe Wierzchowski, Z.

Kabakov, A. T., Komplexometrische Zinkbestimmung in Lösungen für die Phosphatierung 210
Kade, H., und R. J. Abernethy, Nachweis von giftigen Gasen in Pulmonarluft nach dem Ableben 398
Kadič, K., Bestimmung hoher Phosphatgehalte in Rohphosphat und ähnlichen Produkten 307
Kainz, G., und H. Horwatitsch, Zur Kenntnis der Vorgänge bei der C-H-Analyse. Über die Verbrennung im leeren Rohr 363 [Or]
Kampf, H. H., siehe Beckmann, R.
Kanazawa, S., siehe Nogami, H.
Kane, P. F., und Gail Gillespie, K., Bestimmung von Dyrene 220
Karasek, F. W., siehe Loyd, R. J.
Karplus, R., siehe Lingane, J. J.
Karrman, K. J., E. Bladh und P.-O. Gedda, Bestimmung von Kalium in biologischem Material 221
Kaufmann, H. P., und F. J. Büscher, Analyse von Alkydharzen 318
Kaufmann, H. P., und Z. Makus, Papierchromatographische Technik 318
Ke Yun-Chin, siehe Wang, Shi-Chung
Keim, N., siehe Sterescu, M.
Kekki, M., und P. Siltanen, Mikrobestimmung von Eiweiß 232
Keller, E., Maßanalytische Bestimmung von Arbutin in Bärentraubenblättern 386
Kelley, R. S., siehe Webb, V. W.
Kellogg, M., siehe Perrier, E. R.
Kelly, J. E., siehe Vozzella, P. A.

KEMP, D. M., und A. A. SMALES, Bestimmung kleiner Scandiumgehalte in Gesteinen und Meteoriten 141. — Bestimmung von Vanadium in Gesteinen und Meteoriten 142
KEMPIŃSKI, O., Bestimmung von Zinn 456
KEMULA, W., und Z. KUBLIK, Bestimmung sehr kleiner Mengen Blei im Harn 397
KETCHUM, B. H., Untersuchung von wachstumshemmenden Farbanstrichen 148
KHALIFA, H., und S. W. BISHARA, Solochrome Black P.V. as a New Reagent in Chelatometry. Part III. Spectrophotometric Determination and Titration of Magnesium 11 [Or]
KHALIFA, H., and M. M. KHATER, Back Titration with Mercuric Nitrate in Alkaline Medium. Micro-Estimation of Gallium and Indium and Analysis of their Mixtures with some other Metals 92 [Or]
KHATER, M. M., siehe KHALIFA, H.
KHOPKAR, S. M., und A. K. DE, Verhalten von Blei(II)-ionen am Kationenaustauscher Dowex 50W-X8 51
KIELCZEWSKI, W., und J. TOMKOWIAK, Papierchromatographische Mikrobestimmung von Cyanid in Gegenwart von Thiocyanat, Chlorid und Bromid 378
KIERMEIER, F., R. JARCZYNSKI und B. SEEMÜLLER, Quantitative Bestimmung von p-Hydroxybenzoesäure 76
KIESELBACH, R., Wärmeleitfähigkeitsdetektor für die Gaschromatographie mit besonders niedrigem Geräuschpegel 435
KISSANE, J. Q., siehe MCDONALD, H. J.
KJAER, A., siehe LARSEN, P. O.
KLAVEHN, M., H. ROCHELMEYER und J. SEYFRIED, Bestimmung der Secale-Alkaloide 394
KLEIN, P., siehe SKŘIVÁNEK, V.
KLEMENT, R., Austauschersäule 321
KLOTSAS, K., siehe STELLER, W. A.
KLYGIN, A. E., und N. S. KOLJADA, Xylenolorange als Metallindicator für die komplexometrische Titration von Zirkonium 446
KNIGHT, C. S., Trennung von Aminosäuregemischen 228
KOCH, O. G., Anreicherung von Verunreinigungen zur Bestimmung 132
KOCH, W., S. ECKHARD und H. MALISSA, Bestimmung von Schwefel im Stahl 135
KÖNIG, K., und R. POHLOUDEK-FABINI, Trennung von Sympathicomimetica durch Craig-Verteilung 392
KÖSSLER, I., siehe DOLEJŠEK, Z.
KOKOT, I. K., siehe JEDLIŃSKI, Z.
KOLJADA, N. S., siehe KLYGIN, A. E.
KOLTHOFF, I. M., und B. B. BHATIA, Amperometrische Titration von Eisen(II) 380
KONRAD, H., Nachweis von Saccharose im Wein 70
KONUPČÍK, M., M. LIŠKA und F. KUPČÍK, Acidimetrische Bestimmung von Diaceton-2-keto-L-gulonsäure 151. — Bestimmung von Mercaptoaneurin 156
KOPANICA, M., siehe PŘIBIL, R.
KOPINECK, H.-J., und P. SCHMITT, Einsatzmöglichkeiten der Röntgenfluorescenzspektrometrie für die Zwecke der Eisenhüttenindustrie 303
KOPPE, R. K., siehe ADAMS, D. F.
KORI, S., Y. TAMAKI und M. FUJITA, Analyse von atropin- oder scopolaminhaltigen Opiumalkaloid-Injektionslösungen 159
KOROLEV, V. V., siehe VAJNSTEJN, E. E.
KOSZELSKI, J., siehe BENISZ, J.
KOVALENKO, P. N. Elektrolytische Abtrennung von Wismut neben geringen Cadmiummengen 448
KOVALENKO, P. N., und L. F. BAŠKOVA, Polarographische Zinkbestimmung in Schlacken 145
KOZINA, G. V., siehe JAKOVLEV, P. JA.
KOZOLL, D. D., siehe UDEKWU, F.
KRÁČMAR, J., und J. VACEK, Bestimmung von diuretischen Sulfonamiden 154
KRAETSCH, J., siehe ASMUS, E.
KRAJEWSKI, T., siehe DMOCHOWSKI, A.
KRALJIĆ, I., Tüpfelnachweis von Gold 47
KRASZNAI, I., und Z. TÓTH, Bestimmung von 1,3-Chlorbrompropan neben dem isomeren 1,2-Chlorpropan 289
KRAUZE, A., siehe BARDZICKA, B.
KREJMER, S. E., A. V. STOGOVA und A. S. LOMECHOV, Extraktion von Eisen als Acetessigesterkomplex mit Chloroform 135
KRIJN, G. C., siehe DEN BOEF, G.
KUBLIK, Z., siehe KEMULA, W.
KUCHAR, E. J., siehe STELLER, W. A.
KUCHARSKÝ, J., und L. ŠAFAŘÍK, Titrationen in nichtwäßrigen Medien 119 [L]

Kudelja, E. S., Bestimmung von verschiedenen Elementen und ihre gegenseitige Beeinflussung bei der Analyse von Messing 298. — Bestimmung von Aluminium, Kobalt, Kupfer und Nickel in Magnetlegierungen 135
Kühn, A., siehe Hadorn, E.
Kum-Tatt, Lee, Identifizierung und Bestimmung stickstoffhaltiger organischer Basen mit Ammoniumreineckat 157
Kum-Tatt, Lee, und Chian-Seng Chan Bestimmung von Phenacetin in Tabletten 152
Kundu, P. C., Complexometric Titration of Iron(III) by EDTA using β-Diketones (Acetyl-Acetone and Aceto-Acetic Ester) as Metal Indicators 255 [Or]
Kupčík, F., siehe Konupčík, M.
Kurobe, M., siehe Tajima, N.
Kuroda, R., siehe Hamaguchi, H.
Kursanov, A. L., und M. N. Zapromatov, Bestimmung von zweiwertigen Phenolen 129
Kurtz, L. T., siehe Cheng, H. H.
Kussy, M. E., siehe Maeck, W. J.
Kyriacou, D., Polarographische Bestimmung von Nickel 381

Lacroix, G., siehe Muel, B.
Lahiri, D., siehe Samaddar, B. N.
Lambeth, J., siehe Westley, J.
Lamont, J. J., siehe Halliday, J. H.
Lancelot, M., siehe Debras-Guédon, J.
Lane, J. H., und L. Eynon, Bestimmung von Zuckern 383
Larsen, P. O., und A. Kjaer, Bestimmung von α-Monoaminosäuren und anderen Ninhydrin-positiven Stoffen 229
Larsen, R. P., und C. A. Seils jr., Bestimmung von Uran und Plutonium in Uran-Plutonium-Spaltelement-Legierungen 300
Lassner, E., und R. Scharf, Bestimmung von Titan neben Niob und Tantal 380
Latham, D. R., siehe Helm, R. V.
Lauer, K. F., und Y. Le Duigou, Genaue Endpunktsbestimmung in der Potentiometrie 4 [Or]
Laur, J., siehe Drevon, B.
Lebreton, P., siehe Robin, J.
Lederer, M., Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten einiger Metalle 436
Lefranc-Kouba, A., siehe Voinovitch, I. A.
Leithe, W., Die Titration von Ammoniumsalzen mit alkoholischer Natronlauge. Schnellverfahren zur Düngemittelanalyse 342 [Or]
Lench, A., siehe McDonald, I. G.
Lenk, H. P., Ein Diagramm zur Ermittlung von R_f-Werten bei Mehrfach-Papierchromatographie 107 [Or]
Levin, Ä. S., siehe Fodiman, Z. I.
Levine, J., und E. Horrocks, Bestimmung von Pilocarpin 160
Lewandowski, A., Bestimmung kleiner Mengen von Sulfonamiden mit Ionenaustauscherpapier 389
Lichošerstova, V. N., siehe Terentiev, A. P.
Lima, L. C. O. C., siehe Mano, E. B.
Lindeman, L. P., und J. L. Annis, Massenspektrometer in der Gaschromatographie 121
Linden, E. I., siehe Benne, E. J.
Lingane, J. J., und R. Karplus, Potentiometrische Bestimmung von Mangan 55
Link, W. E., und R. A. Morrissette, Gas-Flüssigkeits-Chromatographie von Fettalkoholen 290
Linko, P., Colorimetrische und elektrophoretische Bestimmung von Glutaminsäure neben β-Aminobuttersäure 74
Linn, R. A., siehe Williams, L. A.
Lipina, T. G., Trennung von n-Butylalkohol und Isooctylalkohol 63
Lires, O. A., siehe Lombardo, J.
Liška, M., siehe Konupčík, M.
Liteanu, C., und D. Cörmös, Ermittlung des Äquivalenzpunktes in der Potentiometrie 281
Lloyd, K. W., und D. F. C. Morris, Abtrennung des Platins und Rhodiums von Iridium 381
Lobanov, E. M., siehe Abdullaev, A. A.
Lombardo, J., M. A. Molinari und O. A. Lires, Untersuchung von Petroläther 463
Lomechov, A. S., siehe Krejmer, S. E.
Longo, R. E., Gravimetrische Bestimmung von Nickel mit 4-Methylnioxim 381
Lordi, N. G., E. M. Cohen und B. L. Taylor, Bestimmung von Phenobarbital in pharmazeutischen Präparaten 151

Loyd, R. J., B. O. Ayers und F. W. Karasek, Auflösung der Trennzeitverhältnisse in der Gaschromatographie 119
Lucchesi, C. A., und C. F. Hirn, Komplexometrische Titration von Gesamteisen in Mischungen aus Eisen(II) und Eisen(III) 56
Lumpkin, H. E., und J. O. Beauxis, Messung des Gesamtionenstromes im Massenspektrometer 440. — Siehe auch Aczel, T.
Lur'je, Ju. Ju., und Z. V. Nikolaeva, Bestimmung der zweiwertigen Phenole in Abwässern und anderen verdünnten Lösungen 129
Luthardt, K., siehe Pohloudek-Fabini, R.

Ma, T. S., und R. Breyer, Enzymatische Mikrobestimmung der primären Aminogruppe 291
McBay, A. J., siehe Webb, V. W.
McCue, J. C., L. L. Bird, C. A. Ziegler und J. J. O'Connor, Bestimmung von Uran nach der Röntgenstrahlen-Rayleigh-Methode 445
McDonald, G. W., siehe Hibbs, J. M.
McDonald, H. J., L. J. Banascak und J. Q. Kissane, Trennung der Lipoproteine des menschlichen Serums 234
McDonald, I. G., und A. Lench, Bestimmung von Mikrogrammengen Nitrat in Chromsäure 52
McGuckin, W. F., siehe Sones, D. A.
Macher, F., Spektralanalytische Bestimmung von Gold in Erzen und Mineralien 139
McKenna jr., T. A., und J. A. Idleman, Trennung leichter Kohlenwasserstoffe durch Adsorptions-Gaschromatographie 288
MacKenzie, M. A., siehe Jones, R. N.
Maeck, W. J., G. L. Booman, M. E. Kussy und J. E. Rein, Plutoniumbestimmung in Uranspaltproduktgemischen 299
Maengwyn-Davies, G. D., siehe Oroszlan, St. I.
Mahon, J., und A. A. Benedetti-Pichler, Chromatographische Trennung und Identifizierung kleiner Metallmengen in kleinen Lösungsvolumina 437
Mahr, C., Anorganisches Grundpraktikum. 2. Aufl. 370 [L]
Maihs, A. E., siehe Roux, D. G.
Majewska, J., und M. Jordan, Stickstoffbestimmung in Acrylnitril-Polymeren 464
Majkowski, R. F., und T. P. Schreiber, Spektrochemische Analyse von Werkzeugstählen 303
Majumdar, A. K., and B. K. Pal, Determination of Niobium and Tantalum with Quinaldinohydroxamic Acid 115 [Or]
Majumdar, S. K., siehe De, A. K.
Makus, Z., siehe Kaufmann, H. P.
Malaprade, L., siehe Behr, A., sowie Blanchet, M. L.
Malik, W. U., und K. M. Abubacker, Einfluß von Säuren und Salzen auf die Verwendung von Chrom(II)-chloridmaßlösungen 124
Malinowska, T., Bestimmung von δ-Aminolävulinsäure bei der Biosynthese von Porphyrinen 231
Malissa, H., siehe Koch, W.
Mallack, J. C., siehe Wiseman, H. G.
Mallett, M. W., und C. B. Griffith, Vakuumapparatur zur Bestimmung von Gasen in Metallen 201. — Siehe auch Hansen, W. R., sowie Venkatesvarlu, C.
Malmstadt, H. V., und T. P. Hadjioannou, Endpunktsindizierung und Steuerung automatischer spektralphotometrischer Titrationen einiger Metalle mit Äthylendiamintetraessigsäure 451. — Bestimmung von Magnesium 222
Malmstadt, H. V., und J. D. Winefordner, Mikrobestimmung von Chlorverbindungen in Erdölfraktionen 314
Malofeeva, G. I., siehe Rudnev, N. A.
Mandeles, S., Verwendung von Diäthylaminoäthyl-Cellulose zur Trennung von Proteinen aus Hühnereiweiß und anderem biologischem Material 234
Manning, D. L., R. G. Ball und O. Menis, Bestimmung von Molybdän in uranhaltigen Thoriumoxiden 207
Mannkopff, R., und C. Peters, Spektralanalyse 240
Manns, G., siehe Biedebach, F.
Mano, E. B., und L. C. O. C. Lima, Identifizierung von Celluloseestern und -äthern 315
Marciszewski, H., Bestimmung von Chlorothiazid neben Chlordisulfonamid 153
Maresch, C., siehe Sundberg, O. E.

Marogg, J., Quantitative Glucuronsäurebestimmung 151
Marquardt, P., Problematik der toxikologischen Prüfung in der Lebensmitteltechnologie 240
De Mars, R. D., und I. Shain, Berechnungen zur Polarographie reversibler Systeme an festen Elektroden 281
Marsh, P. B., siehe Gottlieb, S.
Marshall, P. G., Bestimmung von 2,2-Dichlor-4-nitranilin in Fungiciden 219
Martínez-Menéndez, S., siehe Arribas-Jimeno, S.
Martynova, L. T., und V. G. Sočevanov, Polarographische Bestimmung geringer Cadmiumgehalte in Erzen 140
Maryczenko, Z., und A. Stępień, Bestimmung von Titan, Aluminium, Eisen und Magnesium im Steinsalz 138
Masson, M., siehe Mouton, M.
Master, I., siehe Sass, S.
Matrka, M., und Z. Ságner, Bestimmung einiger saurer Azofarbstoffe 319
Matschke, H.-D., siehe Ziegler, M.
Maturová, M., T. Shun, J. Čtvrtník und F. Šantavý, Bestimmung einiger Papaverinalkaloide 396
Matuszek jr., J. M., und T. T. Sugihara, Schnelle und saubere Abtrennung geringer Mangan-Aktivitäten 448
Matyska, B., siehe Dolejšek, Z.
Matzek, N. E., siehe Adams, D. F.
Mázor, L., und K. M. Pápay, Die maßanalytische Bestimmung des Antibioticums Nystatin in nichtwäßrigen Lösungen 272 [Or]
Mebius, L. J., Bestimmung von organischem Kohlenstoff im Boden 206
Meloan, C. E., und W. W. Brandt, Bildung von Wasserstoffperoxid in Alkoholen 284
Menebroker, L. E., siehe Mockler, M. P.
Menis, O., und T. C. Rains, Flammenphotometrische Eisenbestimmung neben Th, U, F und PO_4 56. — Siehe auch Manning, D. L.
van Meurs, N., und E. A. M. F. Dahmen, Potentiometrische und Leitfähigkeitstitrationen von zweiwertigen Säuren und Basen in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 124
Michalec, Č., Papierchromatographische Trennung von Fettsäuren 227
Miller, D. M., Schaltung am Sargent-Polarographen 151
Miller, G. L., Optimale Bedingungen der Zonenelektrophorese in Stärke 280
Milner, G. W. C., J. D. Wilson, G. A. Barnett und A. A. Smales, Bestimmung von Uran in Meerwasser 453
Milner, G. W. C., und J. L. Woodhead, Bestimmung von Aluminium 326. — Siehe auch Wilson, J. D.
Milner, L., siehe Cabell, M. J.
Mircea, D., siehe Popa, G.
Mirošina, V. P., siehe Čumačenko, M. N.
Mitchell, L. C., Trennung und Identifizierung von organischen Phosphaten die als Pesticide verwendet werden 146
Mockler, M. P., L. R. Menebroker, F. L. Humoller und A. J. Barak, Bestimmung von Citrullin im Plasma 232
Molinari, M. A., siehe Lombardo, J.
Momose, T., Y. Mukai und M. Watanabe, Colorimetrische Bestimmung reduzierender Zucker mit 3,6-Dinitrophthalsäure 66
Monnier, D., W. Haerdi und J. Vogel, Bestimmung von Kobalt in nichtrostendem Stahl 135
Montadat, J., Verlauf der vorbereitenden Arbeiten des französischen Normenausschusses für analytische Chemie 279
Moore, C. E., und T. A. Robinson, Gravimetrische Cadmiumbestimmung mit dem Natriumsalz des 1-Phenyltetrazolin-5-thions 49
Moore, H. P., und C. R. Guertal, Bestimmung von Furazolidon und Nitrofurazon 68
Moore, J. E., G. P. Happ und D. W. Stewart, Röntgenfluorescenzspektrometrie 435
Moore, S., und W. H. Stein, Bestimmung von Aminosäuren 228
Morianz, K., siehe Gänshirt, H.
Morris, A. G. C., Bestimmung von Mangan in Ferromangan 458
Morris, D. F. C., und M. E. Chambers, Bestimmung von Gallium in Gesteinen 142. — Siehe auch Lloyd, K. W.
Morrissette, R. A., siehe Link, W. E.
Mostovaja, O. A., siehe Jagodin, G. A.
Mouton, M., und M. Masson, Bestimmung von Acetylsalicylsäure neben Acetyl-p-aminophenol in Tabletten 388
Muel, B., und G. Lacroix, Fluorimetrischer Nachweis von 3,4-Benzpyren 293

Müller-Uri, G., siehe Guttmann, W.
Münich, J., siehe Berák, L.
Mukai, Y., siehe Momose, T.
Mukerjee, H. G., Electro-Chromatography in the Study of Ions. Part IV. Estimation of Nickel by Photo-Electric Scanner 170 [Or]
Mukherji, A. K., Tüpfelprobe für Ruthenium und p-Phenylendiamin 451
Mukherji, B. K., siehe Chowdhury, D. K.
Mumbach, N. R., Flüssigkeits-Dosiervorrichtung für das Massenspektrometer 440
Muraca, R. F., siehe Burns, E. A.
Murfin, J. W., siehe Foster, J. S.
Murphy, F. E., Bestimmung von Saccharose in gezuckerter Kondensmilch 383
Mustafin, I. S., siehe Frumina, N. S.
Muxart, R., siehe Pluchet, E.
Myszkowska, K., Bestimmung von Vitamin B in Milch 77

Nachtrieb, N. H., siehe Fred, M.
Nadkarni, M. N., siehe Athavale, V. T.
Näther, J., siehe Fischer, K.
Nagao, M., siehe Itsuki, K.
Nagase, Y., siehe Iguchi, M.
Nakada, H. I., J. B. Wolfe, L. I. Hochstein und A. J. Andreoli, Bestimmung bakterieller Mucopolysaccharasen 239
Natarajan, A. R., siehe Irudayasamy, A.
Natelson, S., J. B. Pincus, F. J. Annecchiarico und E. Schmerzler, Geräte zur elektrophoretischen Trennung von Substanzen wenig verschiedener Beweglichkeiten 126
Nauman, L. W., siehe Peterson, R. F.
Nazarenko, I. I., siehe Rjabčikov, D. I.
Nazarenko, V. A., siehe Šustova, M. B.
Neeb, K. H., Über flammenphotometrische Untersuchungen der Abhängigkeit der Emission einiger Elemente vom Zusatz organischer Lösungsmittel 414 [Or]
Neeb, R., siehe Eschnauer, H.
Neelakantam, K., siehe Raju
Negishi, R., siehe Hamaguchi, H.
Neller, J. R., siehe Bartlett, F. D.
Newton, D. C., J. Sanders und A. C. Tyrrell, Bestimmung kleiner Borgehalte in Silicium 301
Nichiyama, A., siehe Iguchi, M.
Nickel, H., und A. Pflugmacher, Ein Beitrag zum spektrochemischen Problem der Beeinflussung der Linienintensität durch Unterschiede in der chemischen Bindung 161 [Or]
Nickolls, L. C., Bestimmung von Alkohol in Körperflüssigkeiten 226
Nicolaides, N., Verwendung von Silicongummi oder -fett in geringen Konzentrationen zur Gaschromatographie 435
Nikolaeva, Z. V., siehe Lur'je, Ju. Ju.
Nogami, H., und S. Kanazawa, Bestimmung von Phenoxymethylpenicillin 156
Norikov, Ju. D., Oxydation von n-Butan und Untersuchung der Oxydationsprodukte 314
Norris, M. V., siehe Steller, W. A.
Novák, M., und V. Hromádková, Quantitative papierchromatographische Bestimmung von Fettsäuren in biologischem Material 226
Novikov, A. P., siehe Abdullaev, A. A.
Nykänen, L., Eisenbestimmung in Wein 69

Obtemperanskaja, S. I., siehe Terentiev, A. P.
O'Connor, J. J., siehe McCue, J. C.
Ördögh, M., siehe Schneer, A.
Ogata, M., siehe Ichihara, A.
Ogden, C. P., H. L. Webster und J. Halliday, Bestimmung von geradkettigen und verzweigten Alkylbenzolsulfonaten in Detergentien und Abwässern 318
Ogg, C. L., siehe Filipic, V. J.
Okura, Y., Bestimmung verschiedener Oxydationsstufen von Eisen in hochschwefelhaltigen Eisenerzen 143. — Bestimmung von FeO und Fe_2O_3 nebeneinander 144
Olson, C., und R. N. Adams, Elektroden aus Graphitpaste für die anodische Voltammetrie 126
O'Neill, R. E., siehe Blake, M. I.
Onoe, T., Mikrobestimmung von Arsen in organischen Verbindungen 287
Oroszlan, St. I., und G. D. Maengwyn-Davies, Bestimmung von Thiopental und Pentobarbital in Blut oder Plasma 227
Ortner, M. H., siehe Campbell, P. F.
Orylski, Z., Titration der Lösungen von Alkalicyanoferraten mit Wismutnitratlösung 450
Overton, K. C., siehe Gardner, K.

Owens II, E. G., und J. H. Yoe, Indicatoren bei ÄDTA-Titrationen zur Thoriumbestimmung 376

Pal, B. K., siehe Majumdar, A. K.
Paleček, E., Untersuchung der oscillographischen Polarographie hochpolymerisierter Desoxyribonucleinsäure 238
Pande, C. S., and T. S. Srivastava, Complexometric Titration of Copper (II) using Nitrosochromotropic Acid as a New Metal Indicator 248 [Or]
Papadopoulos, N. M., und W. C. Hess, Bestimmung von Neuraminsäure, Glucose und Fructose in der Cerebrospinalflüssigkeit 237
Pápay, K. M., siehe Mázor, L.
Papenfuss, D., siehe Asmus, E.
Pappas, B. A., siehe Duerr, J. D.
Paralescu, I., siehe Popa, G.
Parker, C. A., und W. J. Barnes, Fluorimetrische Bestimmung von Bor 444. — Bestimmung von Bor in Silicium und anderen Produkten 198
Partlow, E. V., siehe Jeffery, J. E.
Pasich, J., und T. Prządka, Colorimetrische Bestimmung von Fuchsin in fetthaltigen und fettlosen Salben 154
Pask, E. A., siehe Smith, H.
Patel, A. R., siehe Dave, J. S.
Paulig, G., Bestimmung von Pentachlornitrobenzol 148
Payne, S. T., Trennung von Rhodium, Iridium und Platin 382
Pećar, M., Bestimmung von Kalium durch Titration mit ÄDTA 221
Peets, E. A., J. R. Florini und D. A. Buyske, Bestimmung der Tritiumradioaktivität von biologischem Material 397
Peixoto-Cabral, J. M., Chromatographische Trennung von Alkali- und Erdalkalimetallen an imprägniertem Papier 442
Pelloni, V., und M. Sterescu, Reinheitsprüfung von 1-Phenyl-1-o-chlorphenyl-3-dimethylaminopropanol 391. — Siehe auch Sterescu, M.
Perrier, E. R., und M. Kellogg, Bestimmung organischer Materie in Böden 461
Pertsemlides, D., und K. Soehring, Nachweis und Bestimmung von Dodecyl-polyäthylenoxid-äthern 150
Peters, C., siehe Mannkopff, R.
Peterson, R. F., und L. W. Nauman, Trennung von Milcheiweiß und teilweise hydrolysierten Proteinen 233
Petříková, H., siehe Jung, Z.
Pflugmacher, A., siehe Nickel, H.
Phaf, C. W. R., Tetraphenyloborat zur Bestimmung von Alkaloiden 157
Phillips, S. L., Polarographische Bestimmung von Zinn in Zinndioxid 208
Pickering, W. F., Adsorption von Kupfer-, Blei-, Cadmium-, Zink- und Nickelionen an Filterpapier 436. — Adsorption von Eisen(III)-ionen an Filterpapier 436
Pierson, G. G., Bestimmung von Gold mit Quecksilber(I)-chlorid 372
Pillepich, J. L., siehe Trapp, W. B.
Pincus, J. B., siehe Natelson, S.
Pino-Pérez, F., F. Burriel-Martí und J. Valero, Bestimmung von Cer(IV) 375
Pinte, G., siehe van Wambeke, L.
Piotrowska, M., siehe Swinarski, A.
Pirtea, T. I., Eine neue gravimetrische Bestimmungsmethode für Mangan und Cadmium 252 [Or]
Pliška, V., Polarographische Bestimmung von Jodid im Überschuß anderer Halogenide an der Platinelektrode 17 [Or]
Pljušščev, W. E., siehe Stepin, B. D.
Plutchet, E., und R. Muxart, Chromatographie von vierwertigem Protactinium 445
Poethke, W., siehe Fürst, W.
Pohloudek-Fabini, R., und K. Luthardt, Bestimmung von Estern niederer Fettsäuren in ätherischen Ölen 384. — Siehe auch König, K.
van der Pol, E. W., siehe Hardon, H. J.
Polglase, W. J., siehe Jeffery, J. E.
Polivanova, N. G., siehe Fratkin, Z. G.
Pomey, G., siehe Robert, M.
Pontet, M., und R. Boulin, Bestimmung von Schwefel im Stahl 134
Popa, G., I. Paralescu und D. Mircea, Spektrophotometrische Bestimmungen von Gold(III), Eisen(III), Cer(IV) und Vanadium(V) mit Pikraminsäure 353 [Or]
Popa, L., siehe Popper, E.
Popa, M., siehe Sterescu, M.
Poppe, H., siehe den Boef, G.
Popper, E., L. Popa, L. Proinov, R. Crăciuneanu und L. Roman, Ersatz des Schwefelwasserstoffs in der qualitativen und quantitativen chemischen Analyse durch neu synthetisierte Mercaptane. I. Teil 184 [Or]
v. Portatius, H., siehe Grassmann, W.

Poulsen, R. E., siehe Sberuberg, J. C.
Povondra, P., und R. Přibil, Bestimmung von Calcium und Magnesium in hoch Mangan enthaltenden Salzschmelzen 372. — Bestimmung von Calcium und Magnesium neben größeren Mengen Mangan 373
Powell, A. R., W. R. Schoeller und C. Jahn, Trennung von Wolfram von Tantal und Niob 305
Powell, A. S., siehe Vozzella, P. A.
Přibil, R., und M. Kopanica, Komplexometrische Titration des Mangans in Ferromangan 458. — Siehe auch Povondra, P.
Prieto, A., siehe Bermejo, F.
Proffitt, P. M. C., siehe Cluley, H. J.
Proinov, L., siehe Popper, E.
Prządka, T., siehe Pasich, J.
Pungor, E., und L. Balász, Säure-Base-Titrationen und jodometrische Bestimmungen mit dem Hochfrequenztitrimeter 283
Pungor, E., und E. É. Zapp, Flammenphotometrische Untersuchung blasenhaltiger Aluminiumplatten auf ihren Alkaligehalt 299

Quinche, J. P., siehe Brunisholz, G.

Radley, J. A., siehe Elliott, G.
Rains, T. C., siehe Menis, O.
Rajan, K. S., und J. Gupta, Bestimmung von Hafnium und Zirkonium in binären Mischungen ihrer Oxide 209
Raju und K. Neelakantam, Bestimmung von Kupfer mit Resacetophenonoxim 47
Rakovskij, E. E., L. A. Smachtin und Ju. V. Jakovlev, Bestimmung von Mikrobeimengungen in sehr reinem Antimon 130
Ramaiah, N. A., und R. K. Chaturvedi, Murexidindicator für die chelatometrische Calciumtitration mit ÄDTA 372
Ramírez-Muñoz, J., und L. Capacho-Delgado, Untersuchung qualitativ-analytischer Reaktionen 279
Rao, K. Bhaskara, Titration of Oxalic Acid with Ceric Sulphate in HCl, $HClO_4$ and HNO_3 Media using Nitroferroin as Indicator 171 [Or]
Rasskazova, V. S., siehe Rudnev, N. A.
Rathje, W., Eine einfache Austauschersäule 321 [Or]
Ravenscroft, M. J., siehe Thompson, J. H.
Reid, V. W., und L. Turner, Bestimmung von Wasser in Plastikmaterial 316
Reimers, H., Stabofen zur Konzentration von Chromatogrammflecken auf kleine Flächen 437
Rein, J. E., siehe Maeck, W. J.
Reinhardt, L., Saccharosebestimmung in Speiseeis 71
Reinmuth, W. H., Theoretische Berechnungen zur Polarographie irreversibler Systeme an festen Elektroden 281. — Siehe auch Smith, D. E.
Reiser, W., und H. Schneider, Neutronenaktivierungsanalyse und ihre Anwendung in der Stahlanalyse 133
Renault, J., und L. Bigot, Nachweis schwefelhaltiger anionischer Detergentien 319
Reynolds, G. E. J., siehe Jones, C. E. R.
Řezáč, Z., und J. Dvořák, Analyse von Vanadiumkontaktmassen 310
Rezova, A. T., siehe Elinson, S. V.
Ringbom, A., siehe Wänninen, E.
Rjabčikov, D. I., V. A. Zarinskij und I. I. Nazarenko, Bestimmung von Rhenium in Legierungen 133
Robert, M., G. Pomey und M. Angeli, Analytische Anwendung der Röntgenstrahlenbeugung 280
Robin, J., P. Dewasnes und P. Dévoré, Bestimmung verschiedener Stoffe in Mineralien 308
Robin, J., P. Lebreton und P. Dévoré, Untersuchung von Kobaltmineralien mit Hilfe von Kobalt-60 308
Robinson, J. W., siehe Fox, R. J., sowie Seefield, E. W.
Robinson, T. A., siehe Moore, C. E.
Rochelmeyer, H., siehe Klavehn, M.
Rodnova, G. G., siehe Zacharov, M. S.
Rohner, D., siehe Specht, W.
Rolf, R. F., Bestimmung von Zirkonium in Aluminium-Magnesiumlegierungen 454
Roman, L., siehe Popper, E.
Romanov, M. M., siehe Abdullaev, A. A.
Rosenthaler, L., Farbreaktionen der Aglykone und ihrer Glykoside 392
Ross, S. T., und D. B. Denney, Bestimmung von Phosphoniumsalzen und Phosphormethylenverbindungen 292
Roux, D. G., und A. E. Maihs, Identifizierung und Bestimmung von Flavanoidverbindungen 214
Ruby, E. D., siehe Trapp, W. B.
Rudnev, N. A., G. I. Malofeeva und V. S. Rasskazova, Bestimmung von Thallium in Gesteinen 459

Rühlmann, K., und W. Giesecke, Trennung von Aminosäuren 228
Russell, D. W., Anfärbung der N-Methylaminosäuren auf Papierchromatogrammen mit Ninhydrin 231
Ryan, D. E., Gravimetrische Bestimmung von Zirkonium 51

Sa'at, Y., siehe Ben-Bassat, A. H. I.
Šachova, P. G., siehe Jurist, I. M.
Šaevic, A. B., siehe Šubina, S. B.
Šafařík, L., siehe Kucharský, J.
Ságner, Z., siehe Matrka, M.
Saha, S. N., siehe Datta, S. K.
Šajch, L., und O. Beloglavek, Erfahrungen mit dem Spektrometer B3C bei der Analyse von Stählen 304
Sakurai, H., Bestimmung von Thebain 158
Salo, T., siehe Uino, L.
Samaddar, B. N., und D. Lahiri, Bestimmung von Carbonat in Schlacken 207
Sánchez-Pedreño, C., siehe Sierra, F.
Sandell, E. B., siehe Gilbert, D. D.
Sanders, J., siehe Newton, D. C.
Šantavý, F., siehe Maturová, M.
Šantavý, S., Polarographische Untersuchung der Papaveralkaloide 394
Sass, S., I. Master, P. M. Davis und N. Beitsch, Volumetrische Bestimmung von organischen Phosphorsäurehalogeniden und Pyroesterverbindungen 292
Sassenberg, W., und K. Wrabetz, o-Phthalsäure-di-(3,3,5-trimethylcyclohexyl)-ester als stationäre Phase für die Gaschromatographie von Phenolderivaten 423 [Or]
Saville, B., Titrimetrische Bestimmung von aliphatischen Thiolen 290
Sberuberg, J. C., und R. E. Poulsen, Verwendung einer H.F.-Spule als Detektor für die Gaschromatographie 120
Scharf, R., siehe Lassner, E.
Schier, K.-H., siehe Wolf, F.
Schmerzler, E., siehe Natelson, S.
Schmidt, W., Flammenphotometrische Magnesiumbestimmung in Vollblut und Blutserum 221
Schmidts, W., und D. Baasch, Analysengerät zur Bestimmung von Schwefel in Eisenprodukten 134
Schmitt, P., siehe Kopineck, H.-J.
Schmitz, B., ÄDTA-Titrationen zur Bestimmung von Wismut in Arzneistoffen 384
Schneer, A., und M. Ördögh, Bestimmung der Stabilität von Tellur(VI)-verbindungen 53
Schneider, H., siehe Reiser, W.
Schoeller, W. R., siehe Powell, A. R.
Schöniger, W., Sauerstoffkolbenmethode zur Verbrennung von organischen Substanzen 288
Schormüller, J., und G. Bressau, Trennung und Charakterisierung von Inositphosphorsäureestern 66
Schreiber, T. P., siehe Majkowski, R. F.
Schrenk, W. G., K. Graber und R. Johnson, Flammenphotometrische Bestimmung von Kupfer in Mineralgemischen 459
Schreyer, G., siehe Halász, I.
Schulek, E., und K. Burger, Bildung von Interhalogenen 55. — Siehe auch Burger, K.
Schumacher, G., siehe Büchi, J.
Scribner, W. G., Oxydation von Mangan(II) in Pyrophosphatlösung durch Luftsauerstoff während der Neutralisation 55. — Titration von Mangan(II) mit Permanganat in Pyrophosphatlösung 55
Sedláček, B. A. J., Bestimmung von Nordihydroguajaretsäure in Schweinefett 72. — Komplexometrische Semimikrobestimmung von Butylhydroxyanisol in Schweinefett 73
Seefield, E. W., und J. W. Robinson, Bestimmung von Halogen in Polymeren und anderen Erdölprodukten durch Verbrennung im Sauerstoffstrom und nachfolgende potentiometrische Titration 315. — Siehe auch Fox, R. J.
Seemüller, B., siehe Kiermeier, F.
Seher, A., Untersuchung von Fettsäuren 318
Seils jr., C. A., siehe Larsen, R. P.
Serpinet, J., Bestimmung von Dichloräthylen in Tetrachlorkohlenstoff 213
Seyfried, J., siehe Klavehn, M.
Shain, I., siehe De Mars, R. D.
Shanahan, C. E. A., Bestimmung von Sauerstoff und Wasserstoff im Stahl 458
Shanahan, C. E. A., und F. Cooke, Bestimmung von Sauerstoff und Wasserstoff im Stahl 458
Shirai, H., Bestimmung von Pb, Cd und Zn in metallischem Indium 198
Shults, W. D., Coulometrische Bestimmung von Milligramm-Mengen Plutonium neben Eisen und Uran 445

Shun, T., siehe Maturová, M.
Shupe, I. S., Bestimmung von Pilocarpin 160
Siebert, G., siehe Fischer, F.
Siekierski, S., siehe Gwóźdź, R.
Sierra, F., und C. Sánchez-Pedreño, Bestimmung von Zink mit Natriumbariumäthylendiamintetraacetat 373
Siltanen, P., siehe Kekki, M.
Simionovici, R., M. Stoianovici und C. Joan, Kontrolle der Herstellung von 2-Acetylamino-1,3,4-thio-diazol-5-sulfonamid 153
Simon, V., siehe Beran, P.
Siraev, I., siehe Dumitrescu, N.
Sjöquist, J., Bestimmung von Aminosäuren als 3-Phenyl-2-thiohydantoine auf Papierchromatogrammen 228
Sjöstrand, B., siehe Westermark, T.
Skiba, P., siehe Gerarde, H. W.
Skorupski, W., siehe Chwaliński, S.
Skřivánek, V., und P. Klein, Komplexometrische Aluminiumbestimmung in Erzen 360 [Or]
Smachtin, L. A., siehe Rakovskij, E. E.
Smales, A. A., siehe Kemp, D. M., sowie Milner, G. W. C., und Wilson, J. D.
Smith, D. E., und W. H. Reinmuth, Erhöhung der Nachweisgrenze bei der Wechselstrompolarographie an festen Elektroden 282
Smith, D. L., siehe Elving, P. J.
Smith, H., und E. A. Pask, Bestimmung von Kohlendioxid in Plasma 223
Smith, J. F. W., und R. H. A. Crawley, Fluorgehalt von Berylliummetall 298
Smith, J. R., siehe Streim, H. G.
Snyder, L. R., siehe Howald, H. E.
Sočevanov, V. G., siehe Martynova, L. T., sowie Sočevanova, M. M.
Sočevanova, M. M., und V. G. Sočevanov, Analyse eisenhaltiger Carbonatsteine 307
Soehring, K., siehe Pertsemlides, D.
Sörbo, B., siehe Berglund, F.
Sołoniewicz, R., Analyse der Gasgemische, die bei der Sulfochlorierung von Kohlenwasserstoffen entstehen 198
Sones, D. A., W. F. McGuckin und K. G. Wakim, Bestimmung von intracellularem Magnesium 222
Spandau, H., siehe Jander, G.
Spauszus, S., und M. Heimer, Bestimmung von Niob und Tantal im Stahl 305
Specht, W., und D. Rohner, Bestimmung von Thalliumspuren in menschlichen Haaren 223
Spell, H. L., und R. D. Eddy, Bestimmung von Additiven in Polyäthylen durch Absorptionsspektroskopie 317
Sponagel, P., siehe Ullman, F.
Srivastava, T. S., siehe Pande, C. S.
Stabryn, J., Titanbestimmung im Pigmentfarbstoff „Eisenoxidrot“ 309
Stanford, F. G., Analyse von Gemischen von Phosphortrichlorid und Phosphoroxychlorid 53
Stárka, L., und H. Brabencová, Bestimmung acetaldehydogener Steroide in rohem lipophilem Harnextrakt 238
Stegemann, H., Bestimmung von Aminosäuren mit dithionitreduziertem Ninhydrin 228
Stein, W. H., siehe Moore, S.
Steller, W. A., K. Klotsas, E. J. Kuchar und M. V. Norris, Colorimetrische Bestimmung von Dodecylguanidinacetat-Rückständen auf Obst 382
Stępień, A., siehe Maryczenko, Z.
Stepin, B. D., und W. E. Pljuščev, Bestimmung von Kaliumchloridspuren in technischem Rubidiumchlorid 460
Sterescu, M., N. Keim und M. Popa, Bestimmung der Gesamtalkaloide von Secale cornutum und von l-n-Butylscopolaminbromid 395
Sterescu, M., und V. Pelloni, Bestimmung von Spartein neben Phenacetin, Coffein und Aspirin in Tabletten 394. — Siehe auch Pelloni, V.
Stevens, S. G. E., siehe Cross, A. H. J.
Stewart, D. W., siehe Moore, J. E.
Stoch, J., siehe Benisz, J.
Stogova, A. V., siehe Krejmer, S. E.
Stoianovici, M., siehe Simionovici, R.
Stracher, A., Spektrophotometrische Titration und UV-Differenzspektren von Myosin und Meromyosinen 235
Strassburger, J., G. M. Brauer, M. Tyron und A. F. Forziati, Untersuchung von Methyl-Methacrylat-Copolymeren durch Gaschromatographie 216
Streim, H. G., E. A. Boyce und J. R. Smith, Bestimmung von Wasser in 1,1-Dimethylhydrazin, Diäthylentriamin und deren Gemischen 463
Stroes, J. A. P., Anwendung der Kolonnenchromatographie in der pharmazeutischen Analyse 384
Stromberg, A. G., siehe Zacharov, M. S.
Strufe, R., Bestimmung von Resochin 156

Studlar, K., Bestimmung von Mangan in Ferromangan 459
Šubina, S. B., A. B. Šaevic und E. P. Basova, Spektrographische Analyse von Ferrolegierungen 306
Suda, M., siehe Ichihara, A.
Sugihara, T. T., siehe Matuszek jr., J. M.
Sundberg, O. E., und C. Maresch, Gaschromatographische Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 286
Šustova, M. B., und V. A. Nazarenko, Bestimmung von Vanadium in Reintitan 301
Sverak, J., Beitrag zur dielektrischen Restwasserbestimmung in borsäurehaltigem Kalkammonsalpeter sowie in kristallisiertem und geprilltem Harnstoff 349 [Or]
Swinarski, A., und M. Piotrowska, Analyse des Graham-Salzes 209
Sylvester, N. D., siehe Berger, K. G.
Szponar, Z., Bestimmung kleiner Mengen Gold neben anderen Metallen 48

Tajima, N., und M. Kurobe, Bestimmung von Blei und Kupfer in Eisenproben 134
Tamaki, Y., siehe Kori, S.
Tanaka, M., Photometrische Bestimmung geringer Mengen Alkohol 63
Tardif, R., Bestimmung von Vitamin A in pharmazeutischen Präparaten 77
Taylor, B. L., siehe Lordi, N. G.
Terentiev, A. P., S. I. Obtemperanskaja und V. N. Lichošerstova, Mikrobestimmung von Kupfer in organischen Verbindungen 58
Thibault, M., siehe Trémillon, B.
Thomann, H., Ein neues photometrisches Auswertungsverfahren bei komplexometrischen Titrationen kleiner Metallmengen 241 [Or]
Thompson, J. H., und M. J. Ravenscroft, Bestimmung von Kupfer in Blei und Blei-Kabelmantellegierungen 199
Tillu, M. M., siehe Athavale, V. T.
Tobias, J., siehe Chou, T. C.
Tomkins, F. S., siehe Fred, M.
Tomkowiak, J., siehe Kielczewski, W.
Toms, B. A., siehe Ingram, G.
Tóth, Z., siehe Krasznai, I.
Towers, G. H. N., siehe Ibrahim, R. K.
Towndrow, E. G., R. Hutchinson und H. W. Webb, Bestimmung von Zink in Indium und Nickel 198
Trapp, W. B., J. L. Pillepich und E. D. Ruby, Gaschromatographische Analyse von chlormethylierten Phenyläthern 295
Trémillon, B., Säure-Basenreaktion in Lösungsmitteln mit niedriger Dielektrizitätskonstante 281. — Trennung von Metallen durch Adsorption an Anionenaustauschern 438. — Trennung von Zink und Cadmium 438
Trémillon, B., C. Cornet, M. Thibault und J. Huré, Trennung von Zirkonium und Hafnium 438
Trzeciak, M. J., siehe Hansen, W. R.
Tumanov, A. K., Spektralanalyse von Ferrochrom- und Ferrowolframschlacken 146
Turek, J., und B. Chundela, Trennung von Amidopyrin, Antipyrin, Phenacetin und Coffein 400
Turek, S., Enteiweißung von Blutserum bei der Bestimmung löslicher Eiweißfraktionen 233
Turner, L., siehe Reid, V. W.
Tychteneva, S. N., Mineralisierung von Harn bei der Untersuchung auf Blei 224
Tyron, M., siehe Strassburger, J.
Tyrrell, A. C., siehe Newton, D. C.

Udekwu, F., und D. D. Kozoll, Bestimmung des Gesamtkörperwassers 397
Ueno, Y., Papierchromatographische Bestimmung niederer Fettsäuren 64
Uhacz, K., siehe Jedliński, Z.
Uino, L., und T. Salo, Bestimmung des Methanolgehaltes im Sprit mit Chromotropsäure 71
Ullman, F., und P. Sponagel, Darstellung von Tolyläthern 295
Ulubelen, A., Bestimmung von Phenacetin in Tabletten 387
Urbanek, H., siehe Dmochowski, A.
Usatenko, Ju. I., und K. A. Uvarova, Amperometrische Titrationen unter Verwendung von Natriumpiperidindithiocarbaminatlösungen 124
Uvarova, K. A., siehe Usatenko, Ju. I.

Vacek, J., siehe Kráčmar, J.
Vachek, J., Bestimmung von Mesocain 150
Vajnstejn, E. E., und V. V. Korolev, Impulsgeneratoren zur Anregung der Spektren in der Spektralanalyse von Silicaten 201
Valero, J., siehe Pino-Pérez, F.
Van, Ven-Yun, siehe Gelman, N. E.
Vaskevič, D. N., und C. A. Goldina, Bestimmung von zweiwertigen Phenolen 129

VAUGHAN, R. E., und E. A. BOLING, Abtrennung des mit Tritium markierten Wassers aus biologischem Material 221
VELEKER, T. J., Bestimmung von Spuren Arsen in Wolfram und Wolframverbindungen 132
VELTEN, R. J., und A. S. GOLDIN, Bestimmung von Strontium-90 in verschiedenen Materialien 444
VENKATESVARLU, C., und M. V. MALLET, Bestimmung von Sauerstoff in Zirkoniumproben 201. — Siehe auch ATHAVALE, V. T.
VERNON, M. J., siehe COOPER, J. A.
VESTERGAARD, P., Simultane Mehrfach-Säulenchromatographie 435
VICKERS, C., und J. V. WILKINSON, Anwendung der Sauerstoffkolbenmethode bei S-haltigen Substanzen 288
VILTANGE, M., Bestimmung von Carbonat in Natriumperoxid 207
VLADIMIROVA, V. M., siehe ČERNICHOV, JU. A.
VODEHNAL, J., siehe DOLEJŠEK, Z.
VOGEL, J., siehe MONNIER, D.
VOINOVITCH, I. A., und A. LEFRANC-KOUBA, Bestimmung von Aluminium in Silicaten 140. — Siehe auch DEBRAS-GUÉDON, J.
VOLLAIRE-SALVA, J., Extraktion saurer Farbstoffe mit quartären Ammoniumbasen 383
VOORHIES, J. D., und S. M. DAVIS, Coulometrie mit der Kohlenstoff-Ruß-Elektrode 439
VOZZELLA, P. A., A. S. POWELL, R. H. GALE und J. E. KELLY, Bestimmung von Uran in Zirkonium und Hafnium 200
VŘEŠŤÁL, J., siehe BRANDŠTETR, J.
VULTERIN, J., Reduktometrische Titration von Quecksilber(II) 374

WACHSMUTH, H., und R. DENISSEN, Quantitative Bestimmung von Hydrochinonen und Chinonen 294
WACKER, A., siehe WEYGAND, F.
WADMAN, S. K., siehe VAN DE HEUVEL, J. M.
WÄNNINEN, E., und A. RINGBOM, Bestimmung von Aluminium 326
WAGNER, H., Titration von S-haltigen Substanzen mit Bariumperchlorat 288. — Siehe auch HÖRHAMMER, L.
WAKIM, K. G., siehe SONES, D. A.
WALKER, D. E., siehe ADAMS, R. N.
WALLACE, R. M., siehe DUKES, E. K.
VAN WAMBEKE, L., und G. PINTE, Bestimmung kleiner Scandiumgehalte in Wolframiten 309
WANG, SHI-CHUNG, und YUN-CHIN, KE, Papierchromatographische Analyse der Aminosäurezusammensetzung des Bence-Jones-Eiweißkörpers 229
WATANABE, M., siehe MOMOSE, T.
WAWRZYCZEK, V., Über eine neue Farbreaktion auf Ascorbinsäure 191 [Or]
WEBB, H. W., siehe TOWNDROW, E. G.
WEBB, V. W., R. S. KELLEY und A. J. MCBAY, Bestimmung von Pilocarpin 160
WEBSTER, H. L., siehe OGDEN, C. P.
WEBSTER, R. K., siehe WILSON, J. D.
WEIBEL, M., Die Aluminiumbestimmung in der chemischen Silicatanalyse 322 [Or]
WESTERMARK, T., und B. SJÖSTRAND, Identifizierung von γ-Strahlern durch Bestimmung der Halbwertszeit und der γ-Energie 124. — Bestimmung kleiner Cadmiumgehalte in Biopsieproben 223. — Bestimmung kleiner Quecksilbermengen durch Neutronenaktivierung 49
WESTLEY, J., und J. LAMBETH, Bestimmung von Protein 233
WEYGAND, F., A. WACKER und H. DELLWEG, Apparatur zur multiplikativen Extraktion 441
WICHERS, E., siehe GILCHRIST, R.
WICKBOLDT, R., Eluieren von Ionen aus einer Austauschersäule 321
WIERZCHOWSKI, Z., R. AKSANOWSKI und M. JURZYSTA, Bestimmung der Gesamtmenge an Mohnalkaloiden 159
WILDEMANN, L., Bestimmung von Vitamin B in Lebensmitteln 77
WILKINSON, J. V., siehe VICKERS, C.
WILLARD, H. H., und A. L. WOOTEN, Bestimmung von zweiwertigen Phenolen 129
WILLIAMS, K. T., siehe BEVENUE, A.
WILLIAMS, L. A., R. A. LINN und B. ZAK, Bestimmung von Methanol in Serum und Cerebrospinalflüssigkeit 399
WILLIAMS, W. J., siehe FOSTER, A. G.
WILLIAMS, W. M., Physikalische Grundlagen der stereoskopischen Mikroradiographie 284
WILLIS, H. A., siehe HASLAM, J.
WILLITS, C. O., Bestimmung von Äpfelsäure in Ahornsirup 383
WILSON, A. D., Eisen(II)-bestimmung in Silicatmineralien 205. — Siehe auch JEFFERY, P. G.

Wilson, J. D., R. K. Webster, G. W. C. Milner, G. A. Barnett und A. A. Smales, Bestimmung der Urankonzentration in Meerwasser 127. — Siehe auch Milner, G. W. C.
Winefordner, J. D., siehe Malmstadt, H. V.
Winia, R. A. F., siehe Houpt, P. M.
Winkler, W. O., Bestimmung von Thioharnstoff in den Schalen von Citrusfrüchten 383
Wiseman, H. G., J. C. Mallack und W. C. Jacobson, Zuckerbestimmung mit Somogyi-Reagens 218
Wish, L., Trennung von Calcium, Strontium und Barium voneinander und von den Seltenen Erden 443
Wolf, F., und K.-H. Schier, Analyse von NO_2, NOCl und Cl_2 in Gasgemischen 197
Wolf, L., H. Franz und H. Hennig, Bestimmung von Eisen(III) mit Ferrocen 56
Wolfe, J. B., siehe Nakada, H. I.
Wood, P. R., Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in fluorhaltigen organischen Verbindungen 286
Woodhead, J. L., siehe Milner, G. W. C.
Wooten, A. L., siehe Willard, H. H.
Woźniak, W., Bestimmung von exogenen Aminosäuren 229
Wrabetz, K., siehe Sassenberg, W.
Wroński, M., Bestimmung von Quecksilber in organischen Quecksilberverbindungen 58. — Mercurimetrische Bestimmung von Cystin 193 [Or]

Yamaguchi, S., Notiz über die Elektronenbeugungsanalyse von Festkörpern 412 [Or]
Yamamura, S. S., Colorimetrische Bestimmung des Quecksilbers 374
Yamane, Y., und T. Yoshida, Spektralphotometrische Bestimmung von Uran 376
Yamazoe, F., und J. Imai, Bestimmung von Cyanamidderivaten in Kalkstickstoffdüngemitteln 311
Yaphe, W., Bestimmung von 3,6-Anhydrogalaktose und Galaktose in Polysacchariden von Meeresalgen 212
Yasumori, Y., Bestimmung von Spuren Kupfer, Blei und Chlorid in Schwefelsäure 211
Yasumori, Y., und T. Eguchi, Bestimmung von Chlorid in Schwefelsäure durch Rechteckwellenpolarographie 211
Yoe, J. H., siehe Holcomb, H. P., sowie Owens II, E. G.
Yoshida, T., siehe Yamane, Y.
Yoshimori, T., siehe Iinuma, H.

Zachar'ina, S. B., Bestimmung von 2,3-Dichlor-1,4-naphthochinon in dem Fungicid „Phygon" 147
Zacharov, M. S., A. G. Stromberg und G. G. Rodnova, Bestimmung von Mangan in Spezialgläsern 145
Zak, B., siehe Williams, L. A.
Zapp, E. E., siehe Pungor, E.
Zapromatov, M. N., siehe Kursanov, A. L.
Zarinskij, V. A., siehe Rjabčikov, D. I.
Ziegler, C. A., siehe McCue, J. C.
Ziegler, M., und H.-D. Matschke, Extraktiv-photometrische Trennverfahren für Gold. II. Die Extraktion von Gold als Polyäthylenglykol-Goldbromid 166 [Or]
Zubyk, W. J., und A. Z. Conner, Trennung und Bestimmung von Terpenen 296
Zýka, J., siehe Beran, P.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.

Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abgase, Bestimmung konjugierter Olefine 297
Ableben, Nachweis von Gasen in der Pulmonarluft nach dem Ableben 398
Abwasser, Bestimmung zweiwertiger Phenole 129; von Alkylbenzolsulfonaten 318
Acetacetanilid, zur gravimetrischen Bestimmung von Beryllium 110
Acetazolamid, Bestimmung 154
Acetessigester, Indicator bei der komplexometrischen Bestimmung von Eisen(III) 255
Acetessigesterkomplex, zur Extraktion von Eisen 135
Aceton, Einfluß auf die flammenphotometrische Emission von K, Mg, Ca, Sr, Ba, Cu, Ag und Ga 418/21

Acetonitril, Lösungsmittel zur Hochfrequenztitration schwacher Säuren 282
Acetylaceton, Indicator bei der komplexometrischen Bestimmung von Eisen(III) 255; zur Bestimmung von Ruthenium 451
p-Acetylamino-benzolsulfathiazol, potentiometrische Titration 154
Acetyl-p-aminophenol, Bestimmung neben Acetylsalicylsäure in Tabletten 388
2-Acetylamin-o1,3,4-thiodiazol-5-sulfonamid, Bestimmung 154; Kontrolle der Herstellung 153
Acetylenruß-Elektrode, Anwendung in der Coulometrie 439
Acetylsalicylsäure, Bestimmung neben Acetyl-p-aminophenol in Tabletten 388; Bestimmung von Prednisolon 392
Acrolein, Bestimmung durch Titration mit Bromchlor 64
Acrylnitril-Polymere, Bestimmung von Stickstoff 464
Actinium, spektrographische Bestimmung 51
Additive, Bestimmung metallischer Additive in Schmierölen 462; Bestimmung in Polyäthylen 317
Adrenalinhydrochlorid, Abtrennung 392
Adrenalinhydrogentartrat, Bestimmung 387
ÄDTA, Verwendung des Natrium-Bariumsalzes zur Zinktitration 373
ÄDTA-Titrationen, photometrisches Auswertungsverfahren bei komplexometrischen Titrationen kleiner Metallmengen 241; Solochromschwarz P.V. als Reagens 11
Äpfel, Bestimmung von Dodecylguanidinacetatrückständen 382
Äpfelsäure, Bestimmung im Ahornsirup 383
Äquivalenzpunkt, Ermittlung in der Potentiometrie 281
Äsculetin, Bestimmung in Pflanzen 211
Äsculin, Bestimmung in Pflanzen 211
Äthanol, Einfluß auf die flammenphotometrische Emission von K, Mg, Ca, Sr, Ba, Cu, Ag und Ga 418/21
Äther, Verbrennung zur Elementaranalyse 367; Trennung und Bestimmung von Terpenäthern 296
Ätherische Öle, Bestimmung der Ester niederer Fettsäuren 384
Äthinyloestradiol, Farbreaktion 393
Äthylallylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Äthylcellulose, Nachweis 315
Äthylchloracetat, Bestimmung 62
Äthylcycloheptenylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Äthylcyclohexenylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Äthylen, Verbrennung in der Elementaranalyse 363
Äthylendiamin, Lösungsmittel zur Hochfrequenztitration schwacher Säuren 282
Äthyl-1-methylbutenylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Äthylmorphinchlorhydrat, Bestimmung 387
Äthylpiperidylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Agar, Bestimmung von 3,6-Anhydrogalaktose und Galaktose 212
Aglykone, Farbreaktionen 392, 393
Ahornsirup, Bestimmung von Äpfelsäure 383
Ajmalin, Bestimmung 158, 159
Akkumulatormasse, Bestimmung von Bleisulfat 136
Aktivierungsanalyse, zur Bestimmung von Spurenmengen mit schnellen Neutronen 283
Aldehyde, Verbrennung zur Elementaranalyse 367; Bestimmung ungesättigter Aldehyde mit Bromchlor als Maßlösung 64
Aldoxime, Tüpfelreaktionen 292
Alginsäure, formaldehydbehandelte Alginsäure zur chromatographischen Trennung und Bestimmung organischer Basen 386
Alizarin S, zur Bestimmung von Aluminium in Wasser 404
Alizarinrot S, Indicator bei der Bestimmung von Thorium 376
Alkali, Bestimmung in blasenhaltigen Aluminiumplatten 299
Alkalicyanoferrate, Titration mit Wismutnitratlösung 450
Alkalilösungen, Verwendung des Ringofens zur Schwermetallspurenanalyse 123
Alkalimetalle, Bestimmung in Zirkoniumdioxid 208
Alkalisches Medium, Redoxindicator für Titrationen 125
Alkaloide, Bestimmung mit Tetraphenyloborat 157; Prüfung in galenischen Präparaten 393; Bestimmung der Gesamtmenge Mohnalkaloide in der Pflanze 159; Untersuchung der in der Gattung Papaver enthaltenen

Alkaloide 394; Bestimmung der Rauwolfia-Alkaloide 158; der Alkaloide in Secale cornutum 394/395; Bestimmung in Withania somnifera 396
Alkohole, Beziehungen zwischen Massenspektren und Struktur 67; massenspektrometrische Untersuchung 440; Bestimmung geringer Mengen 63; Trennung und Bestimmung von Terpenalkoholen 296; Bestimmung in Körperflüssigkeiten 226; Bildung und Bestimmung von Wasserstoffperoxid 284; Bestimmung von Pyridin in Alkohol 25
Alkoxysubstitutionen, gaschromatographische Untersuchung 62
Alkydharze, Analyse auf Fettsäuren 318
Alkylbenzolsulfonate, Bestimmung in Detergentien und Abwässern 318
Alkylphosphoniumchloride, Bestimmung 292
Allgemeine Chemie, Kurzes Lehrbuch (Jander-Spandau) 118 [L]
Allisan, Bestimmung von 2,2-Dichlor-4-nitranilin 219
Allylisopropylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Allylisopropyl-N-methylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Allylsenföl, Bestimmung in alkoholischer Lösung oder in Semen Sinapis 385
Aluminium, Lösen in Salzsäure 49; lösungsspektralanalytische Untersuchung 280; Abtrennung von Blei(II)-ionen 51; von Niob und Tantal 117; Bestimmung neben Eisen mit Eriochromcyanin 375; vergleichende Untersuchungen zur Bestimmung in Wasser 401; zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und Verbindungen 454; Bestimmung in Vanadiumkontakten 310; im Schwefel 457; in Selen 132; im Stahl 304; in Magnetlegierungen 135; in Silicaten 140, 202, 322; in Erzen 360; in eisenhaltigen Carbonatsteinen 307; im Steinsalz 138; in Pflanzen 461; Einfluß auf die Berylliumbestimmung 113; auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Borbestimmung 333; auf die Zirkoniumbestimmung 52; auf die Manganbestimmung 254; Bestimmung von Uran neben Aluminium 377; von Ruthenium(III) neben Aluminium 452
Aluminium-Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Zirkonium 454
Aluminiumplatten, Untersuchung auf ihren Alkaligehalt 299
Aluminium-Titan-Gußlegierungen, Bestimmung von $TiAl_3$ 284
Aluminium-Uran-Brennstoffelemente, Bestimmung von Quecksilber 374
Aluminium-Zinn-Verbindung, Bestimmung der Kornstruktur 284
Aluminon, zur Bestimmung von Aluminium in Wasser 407
Amidopyrin, Abtrennung 400
Amine, Tüpfelreaktionen 292; Nachweis tert. aliphatischer Amine 126; Bestimmung der 2,4-Dinitrophenylderivate 290; Nachweis der Epoxyharze auf der Basis aromatischer Amine 218
β-Aminobuttersäure, Bestimmung von Glutaminsäure neben β-Aminobuttersäure in Mehl 74
Aminogruppe, enzymatische Mikrobestimmung der primären Aminogruppe 291
δ-Aminolävulinsäure, Bestimmung als Zwischenprodukt bei der Biosynthese der Porphyrine 231
Aminosäuregemische, Trennung an Polystyrolharz 228
Aminosäuren, Tüpfelreaktionen 292; Bestimmung als 3-Phenyl-2-thiohydantoine 228; Bestimmung mit dithionitreduziertem Ninhydrin 228; Unterscheidung von α-Monoaminosäuren und anderen Ninhydrin-positiven Stoffen 229; Trennung als N-Trimethyl-silyl-aminosäure-trimethylsilylester 228; Trennung der 18 wichtigsten Aminosäuren auf elektrophoretischem Wege 126; Bestimmung von exogenen Aminosäuren 229; Analyse in Bence-Jones-Eiweißkörpern 229
Ammoniak, bei der Tüpfeluntersuchung von organischen Verbindungen 291
Ammonium, Einfluß auf die Manganbestimmung 254
Ammoniumbasen, Extraktion saurer Farbstoffe mit quartären Ammoniumbasen 383
Ammoniumcarbonate, Bestimmung 347
Ammoniumchlorid, Bestimmung 343
Ammoniumjodid, hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 282
Ammoniumnitrat, Bestimmung 343; neben Ammoniumsulfat 346
Ammoniumperchlorat, Bestimmung von Perchlorat 210; von Chlorat 460
Ammoniumphosphate, Bestimmung 347

Ammoniumreineckat, zur Bestimmung stickstoffhaltiger organischer Basen 157
Ammoniumsalze, Titration mit alkoholischer Natronlauge 342
Ammoniumsulfat, Bestimmung neben Ammoniumnitrat 346
Ammoniumsulfatsalpeter, Untersuchung 346, 347
Ammoniumthiocyanat, zur Bestimmung von dreiwertigem Eisen 56
Amperometrische Titrationen, mit Hilfe von Natriumpiperidindithiocarbaminatlösungen 124
Analyse, Standardisierung und Normvorschriften für die chemische Analyse 279; Verlauf der Arbeiten zur Ausarbeitung von Normenvorschriften 279; Untersuchung qualitativ-analytischer Reaktionen 279; Fehlerrechnung und Statistik 81; Ersatz von Schwefelwasserstoff durch Mercaptane 184; Qualitative Analyse (Hoffmann-Jander) 278 [L]
3,6-Anhydrogalaktose, Bestimmung in Polysacchariden von Meeresalgen 212
Anilin, Bestimmung der Nitroderivate 67
Anionenaustauscher, Trennung von Metallen durch Adsorption 438
Anisol, Bestimmung der Nitroderivate 67
Anorganische Chemie, Kurzes Lehrbuch (Jander-Spandau) 118 [L]
Anorganisches Grundpraktikum (Mahr) 370 [L]
Anorganische Substanzen, Beobachtung der Oxydation 127
Anthracen, Bestimmung bei der Herstellung von Anthrachinon 68
Anthrachinon, coulometrische Bestimmung 440; polarographische Kontrolle bei der Herstellung von Kontaktanthrachinon 67
Anthrachinonsulfonsäuren, Untersuchung 320
Antibiotica, maßanalytische Bestimmung von Nystatin 272
Antihistamine, Bestimmung 157
Antimon, Bezugselement zur spektralanalytischen Untersuchung von Gesteinen 137; Trennung von Thallium und Gallium 460; von Niob und Tantal 117; Bestimmung in Legierungen 454; in Legierungen für thermoelektrisches Material 131; in Selen 132; in Ferrolegierungen und Chrom 306; in Emaillen und anderen keramischen Produkten 144; Bestimmung von Mikrobeimengungen in reinem Antimon 130; von Zinn neben Antimon 455
Antimon(III), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436
Antioxydantien, Bestimmung in Fetten 214
Antipyrin, Abtrennung 400
Apfelblätter, Bestimmung von Dodecylguanidinacetatrückständen 382
Aporphine, Bestimmung 394
Arbutin, Bestimmung 294; chromatographische Abtrennung 389; Bestimmung in Bärentraubenblättern 386
Arginin, Bestimmung 229
Argon, Nachweis in Pulmonarluft nach dem Ableben 398
Armco-Eisen, Bestimmung von Bor 333
Aromaten, massenspektrometrische Untersuchung synthetischer Aromaten 440
Arsen, Abtrennung von Niob und Tantal 117; Bestimmung in Antimon 130; von Spuren in Wolfram und Wolframverbindungen 132; in Ferrolegierungen und Chrom 306; in Smaltine 308; in organischen Verbindungen 287; in pharmazeutischen Präparaten 149; in biologischem Material 398; Bestimmung von Zinn neben Arsen 455
Arsenat, Abtrennung von Niob und Tantal 117
Arsenazo, zur Bestimmung von Uran und Thorium nebeneinander 377
Arzneigemisch, Trennung von Rutin und Arbutin 389
Arzneimittelanalyse, Verwendung der Kolonnenchromatographie 384
Arzneistoffe, Bestimmung von Wismut 384
Ascaridol, Bestimmung in Chenopodiumöl 149
Ascaris lumbricoides var. suis., Bestimmung der niederen Fettsäuren in Stoffwechselprodukten 64
Asche, Bestimmung in Kohle durch Beta-Rückstrahlung 35
Ascorbinsäure, neue Farbreaktion 191
Ascorbinsäuresynthese, Bestimmung der Diaceton-2-keto-L-gulonsäure 151
Aspirin, Bestimmung in Mischungen 152; Bestimmung von Spartein neben Aspirin in Tabletten 394
Asymmetriekoeffizient, Berechnung bei potentiometrischen Titrationen 281
Atmosphäre, Bestimmung konjugierter Olefine 297

Atropin, R_f-Wert 393; Bestimmung in Opiumalkaloid-Injektionslösungen 159; Nachweis in Pillen und Zäpfchen 393
Atropinsulfat, Bestimmung 387
Auflösung-Trennzeit-Verhältnis, in der Gasverteilungschromatographie 119
Aufschlußlösungen, Bestimmung von Uran 378
Austauschersäule, einfache Säule 321
Autolacke, forensische Untersuchung 240
Azofarbstoffe, Additionsverbindungen mit Schwefelsäure zur Bestimmung von Oxydantien 320; Bestimmung saurer Azofarbstoffe 319

Bäder, Bestimmung von Indium und Zinn in glycerinhaltigen Bädern 311
Bärentraubenblätter, Bestimmung von Arbutin 386
Barbitursäurederivate, Identifizierung in toxikologischen Fällen 400; Bestimmung von Amidopyrin, Antipyrin, Phenacetin und Coffein 400; Nachweis von Atropin neben Barbiturat in Tabletten 393
Barium, flammenphotometrische Emission in Gegenwart organischer Lösungsmittel 416; chromatographische Abtrennung von Calcium an imprägniertem Papier 442; Trennung von Calcium durch selektive Fällung von $BaSO_4$ 444; von Calcium und Strontium sowie von den Seltenen Erden 443; von Blei(II)-ionen 51; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Manganbestimmung 254
Bariumchlorid-Gelatine-Reagens, zur Bestimmung von anorganischem Sulfat in Serum, Plasma und Urin 225
Bariumperchlorat, Anwendung bei der Titration von S-haltigen Substanzen 288
Basen, Bestimmung und Trennung organischer Basen 386; Leitfähigkeitstitration zweiwertiger Basen in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 124; Bestimmung von stickstoffhaltigen organischen Basen 157
Benzaldehyd, Verbrennung 367
Benzin, Bestimmung von Schwefel 463; von Bleitetraäthyl und Bleitetramethyl nebeneinander 213
Benzochinon, Bestimmung 294
Benzoesäure, Verbrennung 367; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 282; Bestimmung in Lebensmitteln 240
Benzoin, zur Bestimmung von Bor 444
Benzol, Verbrennung 367; Bestimmung der Nebenprodukte der Mercurierung 59; der Nitroderivate 67
Benzolderivate, Oxydation in der Elementaranalyse 365
Benzophenanthridine, Bestimmung 394
Benzoylphenylhydroxylamin, zur Bestimmung von Zirkonium 51
Benzpyren, fluorimetrischer Nachweis von 3,4-Benzpyren 293
Benzylalkohol, Beziehung zwischen Massenspektrum und Struktur 67
Benzylisochinoline, Bestimmung 394
Beryll, Bestimmung von Beryllium in Beryll 114
Beryllium, gravimetrische Bestimmung mit Acetacetanilid 110; Abtrennung von Niob und Tantal 117; Bestimmung in Gesteinen und Böden 204; in Beryll 114; Einfluß auf die Manganbestimmung 254; Bestimmung von Fluor in Berylliummetall 298
Beta-Rückstrahlung, zur Untersuchung von Kohle auf Asche und von Erzen auf Metalle 35
Bienenwachs, Beurteilung der Qualität 315
Bier, Nachweis von Detergentien 319
Bindung, Beeinflussung der Linienintensität in der Spektralanalyse durch Unterschiede in der chemischen Bindung 169
Biologisches Material, Bestimmung der Tritiumradioaktivität 397; von tritiumhaltigem Wasser 221; von Kalium 221; von Phosphor 224; von Arsen 398; von Schwefel 427; von Fluor 225; niederer Fettsäuren 64; von Fettsäuren 226; Identifizierung von Barbitursäurederivaten 400; Abtrennung von Amidopyrin, Antipyrin, Phenacetin, Coffein in Barbituraten 400; Trennung der Proteine an Diäthylaminoäthylcellulose 234
Biopsieproben, Bestimmung von Cadmium 223
Birnen, Bestimmung von Dodecylguanidinacetatrückständen 382
Bis-glycin-2,3-dichlorfluorescein, Indicator in der Chelatometrie 285
Bisphenylmercaptan, Verwendung in der Analyse 184
Blausäure, Bestimmung nach der Seifertschen Testfleckenmethode 240
Blei, Verhalten des Mercaptids gegen verschiedene Reagentien 186; Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436;

Bestimmung durch oscillographische Polarographie 439; zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und Verbindungen 454; Bestimmung in Messing 298; der Verteilung in Bronze 284; Bestimmung in metallischem Indium 198; in Pb-Sn-Legierungsloten 200; in Schwefel 457; in Selen 132; in Eisenproben 134; in Ferrolegierungen und Chrom 306; in Erzen 140; in Gesteinen 137; in Akkumulatormasse und Mennige 137; von Spuren in Schwefelsäure 211; in Tetrafluoroborsäure 211; im Harn 224; sehr kleiner Mengen im Harn 397; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Lettern- und Lagermetall 199; auf die Silberbestimmung 105; auf die Magnesiumbestimmung 14; Bestimmung von Kupfer 199; von Zinn 455
Blei(II), Abtrennung von verschiedenen Metallen an Kationenaustauschern 51
Bleiakkumulatorfüllungen, chelatometrische Untersuchung 136
Bleidioxid, Bestimmung in Akkumulatormasse und Mennige 137
Bleiionen, Adsorption an Filterpapier 436
Bleiisotope, Bestimmung radioaktiver Bleiisotope in Grubenluft 452
Blei-Kabelmantellegierungen, Bestimmung von Kupfer 199
Bleisulfat, Bestimmung in Akkumulatormasse 136
Bleitetraäthyl, Bestimmung neben Bleitetramethyl in Benzinen 213
Bleitetramethyl, Bestimmung neben Bleitetraäthyl in Benzinen 213
Blei-Zinn-Legierungslote, Bestimmung von Blei und Zinn 200
Blut, Bestimmung von Magnesium in Vollblut und Blutserum 221; Bestimmung von Kerosin 399; von Cyanamid 312; von Thiopental und Pentobarbital 227; von Thalidomid 236
Blutserum, Bestimmung von Kalium 221; von Magnesium 221; der Gesamtfettsäuren 226; Enteiweißung zur Bestimmung löslicher Eiweißfraktionen 233
Boden, Bestimmung von Beryllium 204; Störungen durch Mangan bei der Titration von austauschbarem Magnesium 206; Bestimmung von Cyanamid 312; von organischem Material 461; von organischem Kohlenstoff 206
Bodenextrakte, Bestimmung von Sulfat 312
Bor, Neutronenanalyse 374; Bestimmung kleiner Mengen 49; fluorimetrische Bestimmung mit Benzoin 444; Erfassung von säureunlöslichem Bor 331; Bestimmung in Silicium 301; in Silicium, Stahl und Meerwasser 198; in Molybdänlegierungen 302; im Stahl 327; in Stählen und Legierungen 304; in Pflanzen mit Chinalizarin 79
Borsäure, potentiometrische Titration 6; Bestimmung in Lebensmitteln 240; Einfluß auf die Restwasserbestimmung in Kalkammonsalpeter 349
Brechnußpräparate, Bestimmung von Strychnin 393; von Strychnin neben Brucin 387
Brennstoffelemente, Bestimmung von Quecksilber in Aluminium-Uran-Brennstoffelementen 374; Rückgewinnung von Uran 137; Bestimmung von Uran 445
Brenzcatechin, Beziehung zwischen Massenspektrum und Struktur 67; Bestimmung im Abwasser 129
Brom, Bestimmung in Bromchlorid 55
Bromchlor, zur Bestimmung ungesättigter Aldehyde 64; Bestimmung von freiem Brom 55
Bromid, Nachweis 126; Bestimmung von Cyanid neben Bromid 378
Bronze, Bestimmung der Verteilung von Blei 284; Bestimmung von Antimon 454
Brucin, R_f-Wert 393; Bestimmung neben Strychnin in Brechnußpräparaten 387
Buchweizenstiele, Bestimmung von Rutin 296
n-Butan, Untersuchung der Oxydationsprodukte in gasförmiger und flüssiger Phase 314; Bestimmung in Petroläther 463
Butene, Bestimmung in Isopren 289, 290
n-Buttersäureester, Bestimmung 385
n-Butylalkohol, chromatographische Abtrennung 63
n-Butylallylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Butylamin, Lösungsmittel zur Hochfrequenztitration schwacher Säuren 282
Butylhydroxyanisol, Bestimmung in Fetten 215; in Schweinefett 73; in Kartoffelflocken 74
Butylhydroxytoluol, Bestimmung in Fetten 215; in Kartoffelflocken 74
1-n-Butylscopolamin, Bestimmung 396
1-n-Butylscopolaminbromid, Bestimmung 395, 396

Cadmium, Verhalten des Mercaptids gegen verschiedene Reagentien 187; Bestimmung durch oscillographische Polarographie 439; gravimetrische Bestimmung 252; gravimetrische Bestimmung mit dem Natriumsalz des 1-Phenyltetrazolin-5-thions 49; chelatometrische Bestimmung 285; Abtrennung durch Adsorption an Anionenaustauschern 438; Abtrennung von Zink durch Ionenaustauscher 438; von Indium 97; von Wismut von kleinen Cadmiummengen 448; von Niob und Tantal 117; Bestimmung in metallischem Indium 198; in Selen 132; in Ferrolegierungen und Chrom 306; in Erzen 140; in Biopsieproben 223; Einfluß auf die Silberbestimmung 105; auf die Magnesiumbestimmung 14; Bestimmung von Uran neben Cadmium 377
Cadmiumionen, Adsorption an Filterpapier 436
Caesium, chromatographische Abtrennung an imprägniertem Papier 442
Caesiumnitrat, thermisches Verhalten 441
Caesiumoxid, thermisches Verhalten 441
Calcium, flammenphotometrische Emission in Gegenwart organischer Lösungsmittel 416; komplexometrische Titration 48, 285; Murexidindicator zur chelatometrischen Titration 372; chromatographische Abtrennung von Caesium an imprägniertem Papier 442; thermometrische Titration neben Magnesium 443; Abtrennung von Strontium durch selektive Fällung von $SrSO_4$ 443; Trennung von Strontium und Barium sowie von den Seltenen Erden 443; von Barium durch selektive Fällung von $BaSO_4$ 444; Bestimmung neben größeren Mengen Mangan 373; Bestimmung in Vanadiumkontakten 310; in Mineralien und Wasser 204; in Silicaten 202, 203; in eisenhaltigen Carbonatsteinen 307; in hoch manganhaltigen Salzschmelzen 372; in Schmierölen 462; Bestimmung von intracellularem Calcium 222; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Manganbestimmung 254; auf die komplexometrische Eisenbestimmung 257
Capillarkolonnen, in der Gaschromatographie 121
n-Capronsäureester, Bestimmung 385
n-Caprylsäureester, Bestimmung 385
Carbazol, Bestimmung von Carbazol und seinen Homologen im Wilmington-Petroleum 213
Carbonat, Bestimmung neben Hydrogencarbonat 283; Bestimmung in Schlakken 207; in Natriumperoxid 207
Carbonatsteine, Analyse eisenhaltiger Carbonatsteine 307
Carbonsäuren, Verbrennung zur Elementaranalyse 367
p-Carboxydibenzoylmethan, Kaliumsalz als Reagens zur Bestimmung von Thorium 376
Carboxymethylcellulose, Nachweis 315
Carrageenin, Bestimmung von 3,6-Anhydrogalaktose und Galaktose 212
Carvacrol, gaschromatographische Abtrennung mit Wasserdampf als beweglicher Phase 122
Cellulose, Nachweis 315
Calluloseacetat, Nachweis 315
Cellulose-acetat-butyrat, Nachweis 315
Celluloseäther, Identifizierung 315
Celluloseester, Identifizierung 315
Cellulosehydrolysate, Bestimmung von Zuckern in Holzcellulosehydrolysaten 315
Cellulosenitrat, Nachweis 315
Cer, Bestimmung 51; Abtrennung von Niob und Tantal 117; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Zirkoniumbestimmung 52
Cer(IV), Bestimmung 375; mit Pikraminsäure 353; Abtrennung von Blei(II)-ionen 51
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von Methanol 399; von Neuraminsäure, Glucose und Fructose 237
Cernitrat, thermisches Verhalten 441
Ceroxid, thermisches Verhalten 441
Cer(IV)-sulfat, zur Titration von Oxalsäure 171
Chelatometrie, photometrisches Auswertungsverfahren bei komplexometrischen Titrationen kleiner Mengen 241; Anwendung von Fluorescenz- und Chemiluminescenzindicatoren 285; Solochromschwarz P.V. als Reagens 11
Chelatometrische spektralphotometrische Titrationen, Endpunktsindizierung und Steuerung 451
Chemiluminescenzindicatoren, Anwendung in der Chelometrie 285
Chemische Bindung, Beeinflussung der Linienintensität in der Spektralanalyse 161
Chenopodiumöl, Bestimmung von Ascaridol 149

Chinaldinhydroxamsäure, zur Bestimmung von Niob und Tantal 115
Chinalizarin, zur Borbestimmung in Pflanzen 79
Chinin, R_f-Wert 393; Bestimmung 393; Nachweis von Atropin neben Chinin in Tabletten 393
Chininchlorhydrat, Bestimmung 387
2-Chinizarinsulfonsäure, Indicator bei der Titration von Thorium 376
Chinone, Bestimmung 294
Chlor, Bestimmung in Gasgemischen 197, 198; Natriumdiphenylreagens zur Bestimmung 60
Chloranil, Bestimmung in Fungiciden 219
Chlorat, Bestimmung in Ammoniumperchlorat 460
1-p-Chlorbenzhydryl-4,2-(2-hydroxyäthoxy)-äthylpiperazin, Bestimmung von Prednisolon 392
Chlorbrompropan, Bestimmung von 1,3-Chlorbrompropan neben dem isomeren 1,2-Chlorbrompropan 289
7-Chlor-4(4′-diäthylamino-1′-methylbutylamino)-chinolin, Bestimmung 156
Chlordisulfonamid, Bestimmung neben Chlorothiazid 153
Chlorid, Bestimmung in Schwefelsäure 211; Bestimmung in verbrennbaren organischen Substanzen 61; Einfluß auf die Nitratbestimmung nach Leithe 53; Bestimmung von Cyanid neben Chlorid 378
4-Chlor-2-methylphenoxyessigsäure, Bestimmung in Herbiciden 148
2-Chlor-4-nitranilin, Bestimmung in Fungiciden 219
6-Chloro-4-amino-1,3-disulfonamid, Bestimmung neben 6-Chloro-7-sulfonamido-1,2,4-benzothiodiazin-1,1-dioxid 153
Chloroform, zur Extraktion von Eisen als Acetessigesterkomplex 135; Lösungsmittel bei der Farbreaktion von Alkoholen mit Vanadiumhydroxychinolat 63
6-Chloro-7-sulfonamido-1,2,4-benzothiodiazin-1,1-dioxid, Bestimmung neben 6-Chloro-4-amino-1,3-disulfonamid 153
Chlorothiazid, Bestimmung 154; Bestimmung neben Chlordisulfonamid 153
Chlorpromazin, Trennung der Derivate 155
Chlorsilane, massenspektrometrische Untersuchung 440
6-Chlor-7-sulfonamido-1,2,4-benzothiadiazin-1,1-diazid, Bestimmung 154
Chlorverbindungen, Mikrobestimmung in Erdölfraktionen 314
Chrom, spektrographische Analyse 306; chelatometrische Bestimmung 285; Abtrennung von Niob und Tantal 117; von Rhenium in Legierungen 133; zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und anderen Verbindungen 454; Bestimmung in Antimon 130; im Stahl 134, 304; in Gesteinen 137; in Schlacken 146; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Borbestimmung 333; auf die Manganbestimmung 254; auf die Bestimmung von Mangan mit Permanganat 55; Bestimmung von Uran neben Chrom 377
Chrom-56, Bestimmung der Halbwertszeit 449
Chrom(III), Bestimmung mit ÄDTA 54
Chromat, Nachweis neben Dichromat 448; Abtrennung von Niob und Tantal 117
Chromatographie, Anwendung der Kolonnenchromatographie in der pharmazeutischen Analyse 384
Chrom(II)-chloridlösungen, Einfluß auf Säuren und Salze 124
Chrom-Nickel-Silicium, Bestimmung von Bor 333
Chromotropsäure, zur Bestimmung des Methanolgehaltes von Sprit 71
Chromsäure, Bestimmung von Mikrogrammengen Nitrat 52
Chronopotentiometrie, Verwendung der Graphitelektrode 438
1,8-Cineol, Bestimmung im Citronenöl 149
Citral, Bestimmung im Citronenöl 149, 385
Citronellal, Bestimmung im Citronenöl 149
Citronellol, Bestimmung im Citronenöl 149
Citronellylacetat, Bestimmung im Citronenöl 149, 385
Citronenöl, Untersuchung der Zusammensetzung 149; Untersuchung auf sauerstoffhaltige Verbindungen 385
Citronensäure, Titration 283; Bestimmung der Gärungscitronensäure 235
Citrullin, Bestimmung im Plasma 232
Citrusfrüchte, Bestimmung von Thioharnstoff in den Schalen 383
Clotride, Bestimmung 154
Cocainhydrochlorid, Bestimmung 387

Codein, Bestimmung in Mohnalkaloiden 159
Codeinphosphat, Bestimmung 387
Coffein, Nachweis 393; Abtrennung 400; Bestimmung in Mischungen 152; Bestimmung von Spartein neben Coffein in Tabletten 394; von Prednisolon 392
Contergan, Bestimmung in Blut und nichtbiologischen Flüssigkeiten 236
Coulometrie, mit der Kohlenstoff-Rußelektrode 439
Crotonaldehyd, Bestimmung mit Bromchlor als Maßlösung 64
Cyanamid, spektralphotometrische Bestimmung 312
Cyanamidderivate, Bestimmung in Kalkstickstoffdüngemitteln 311
Cyanat, Nachweis 126
Cyanid, Nachweis 126; Bestimmung neben CNS^-, Cl^- und Br^- 378
Cyanoferrate, Titration mit Wismutnitratlösungen 450
Cyclohexanol, Bestimmung von Wasserstoffperoxid 284
Cyclopropan, Nachweis in Pulmonarluft nach dem Ableben 398
Cymarin, Farbreaktion 393
p-Cymen, Bestimmung im Citronenöl 385
Cyprex 65 W, Bestimmung auf Obst 382
Cystein, Bestimmung 194
Cystin, mercurimetrische Bestimmung 193

p,p′-DDT, infrarotspektroskopische Bestimmung 259
n-Decanal, Bestimmung im Citronenöl 149, 385
Decylacetat, Bestimmung im Citronenöl 149
Degiton, Reinheitsprüfung 391
Dehydracetsäure, Einfluß auf die Fuchsinbestimmung 155
Delnav, Identifizierung 146
Desoxyribonucleinsäure, Versuche zur oscillographischen Polarographie hochpolymerisierter Desoxyribonucleinsäure 238
Dessertwein, Nachweis von Saccharose 70
Detektor, Photodetektor für die Gaschromatographie 122; Verwendung einer H.F.-Spule als Detektor in der Gaschromatographie 120
Detektorröhrchen, zum Nachweis von Schwefelwasserstoff in der Atmosphäre von Arbeitsräumen 297
Detergentien, Nachweis schwefelhaltiger anionischer Detergentien 319; Bestimmung von Alkylbenzolsulfonaten 318
Deuterium, Bestimmung 371
Diaceton-2-keto-L-gulonsäure, Bestimmung 151
Diäthylaminoacetylmesidin, Bestimmung 150
Diäthylaminoäthylcellulose, zur Trennung von Proteinen 234
Diäthylentriamin, Bestimmung von Wasser 463
Di-(2-äthylhexyl)-phosphorsäure, zur Extraktion von Uran für die Bestimmung in Meerwasser 453
Dialkylphosphorchloride, Bestimmung 292
Diallylbarbitursäure, R_f-Wert 400
1,2-Diaminocyclohexan-N,N,N′,N′-tetraessigsäure, zur Bestimmung von Titan neben Niob und Tantal 380
Diamorphinchlorhydrat, Bestimmung 387
Diamox, Bestimmung 154
Dianhydrogitoxigenin, Farbreaktion 393
o-Dianisidin, Beobachtung der Oxydation 127
Diazinon, Identifizierung 146; Bestimmung 294
Diazomethan, zur Bestimmung der niederen Fettsäuren bei Stoffwechseluntersuchungen 64/65
2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol, Beziehung zwischen Massenspektrum und Struktur 67
Dicarbonsäuren, Tüpfelreaktionen 292
3,3′-Di(N-carboxymethylaminomethyl)-o-kresolsulfophthalein, zur Bestimmung von Aluminium in Erzen 361
Dichloräthylen, Bestimmung in Tetrachlorkohlenstoff 213
2,4-Dichlor-6-o-Chloranilin-s-triazin, Bestimmung 220
5,5′-Dichlor-2,2′-dihydroxydiphenylmethan, Bestimmung in Textilien 320
2,3-Dichlor-1,4-naphthochinon, Identifizierung im Fungicid „Phygon“ 147
2,2-Dichlor-4-nitranilin, Bestimmung in Fungiciden 219
Dichlorophen, Bestimmung in Textilien 320
Dichromat, Nachweis neben Chromat 448
Dicyanodiamid, Bestimmung in Kalkstickstoffdüngemitteln 311
Didecanoyl-L-α-lecithin, Bestimmung 227

Dieldrin, infrarotspektroskopische Untersuchung 259
Dielektrizitätskonstante, Säure-Basen-Reaktion in Lösungsmitteln mit niedriger Dielektrizitätskonstante 281
Digiprosid, Farbreaktion 393
Digitonin, Farbreaktion 393
Digitoxigenin, Farbreaktion 393
Digitoxin, Farbreaktion 393; Prüfung in Tabletten 390
Digitoxose, Farbreaktion 393
Digoxin, Farbreaktion 393
Digoxygenin, Farbreaktion 393
Dihexanoyl-L-α-lecithin, Bestimmung 227
L-α-Dihexynoylkephalin, Bestimmung 227
Dihydrogenphosphat, Einfluß auf die komplexometrische Eisenbestimmung 257
3,4-Dihydropapaveraldin, Bestimmung 396
3,4-Dihydropapaverin, Bestimmung 396
6,7-Dihydroxycumarin, Bestimmung in Pflanzen 211
Diisoamyläther der Methylphosphorsäure, zur Extraktion von Zirkonium und Hafnium 52
β-Diketone, Indicatoren bei der komplexometrischen Eisen(III)-bestimmung 255
N-(3′-Dimethylamino)-propyl-3-chlorphenothiazin, Trennung der Derivate 155
Dimethylbenzylalkohole, Beziehung zwischen Massenspektren und Struktur 67
Dimethylbutan, Bestimmung in Petroläther 463
Dimethylformamid, Lösungsmittel zur Hochfrequenztitration schwacher Säuren 282
1,1-Dimethylhydrazin, Bestimmung von Wasser 463
Dimethylphenole, Beziehung zwischen Massenspektren und Struktur 67; gaschromatographische Abtrennung 425
2,2-Dimethylpropan, Bestimmung in Petroläther 463
L-α-Dimyristoylkephalin, Bestimmung 227
Dimyristoyl-L-α-lecithin, Bestimmung 227
3,5-Dinitrobenzoesäure, hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 282
2,4-Dinitropeptide, Bestimmung 67
2,4-Dinitrophenylaminosäuren, Bestimmung 67
2,4-Dinitrophenylderivate, Bestimmung von Aminen 290
2,4-Dinitro-N-phenylpyridiniumchlorid, zur Bestimmung von Eisen(III) 56
3,6-Dinitrophthalsäure, zur Bestimmung von reduzierenden Zuckern 66
Dioctanoyl-L-α-lecithin, Bestimmung 227
Dioxan, Einfluß auf die flammenphotometrische Emission von K, Mg, Ca, Sr, Ba, Cu, Ag und Ga 418/21
Diphenyldianisidin-o,o′-dicarbonsäure, als Redoxindicator bei Titrationen in alkalischem Medium 125
Diphenylreagens, zur Bestimmung von Spuren Chlor 60
2-(3,6-Disulfo-8-hydroxynaphthylazo)-1,8-dihydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure, spektralphotometrische Studien am Zirkoniumkomplex 177
Dithizon, zur Quecksilberbestimmung 374
Ditranil, Bestimmung von 2,2-Dichlor-4-nitranilin 219
Diuramid, Kontrolle der Herstellung 153
Diuryl, Bestimmung neben Chlordisulfonamid 153
Dodecylguanidinacetat-Rückstände, Bestimmung auf Obst 382
Dodecyl-polyäthylenoxid-äther, Bestimmung und Nachweis 150
Dodine, Bestimmung auf Obst 382
Dowex 50W—X8, Verhalten von Quecksilber(II) an Dowex 50W—X8 356; von Blei(II)-ionen an Dowex 50W—X8 51
Drogenpräparate, Bestimmung von Phenoxymethylpenicillin 156
Düngemittelanalyse, Schnellverfahren auf Ammoniumsalze 342
Dyrene, Bestimmung 220
Dysprosium, Bestimmung 51

Edelstahl-Urandioxid-Brennstoffelemente, Bestimmung von Uran 137
Eidotter, Trennung an Diäthylaminoäthylcellulose 234
Eiereiweiß, Trennung an Diäthylaminoäthylcellulose 234
Eierteigwaren, Bestimmung des Eigehaltes 384
Eigehalt, Bestimmung in Eierteigwaren 384
Einstreumittel, Bestimmung von Pentachlornitrobenzol als fäulnisverhütendes Einstreumittel 148
Eis, Bestimmung von Saccharose in Speiseeis 71

Eiscreme, Bestimmung reduzierender Zucker in Eiscreme 71
Eisen, Aufbau und Linienintensität in der Spektralanalyse von metallischem Eisen 163; Extraktion als Acetessigesterkomplex mit Chloroform 135; Nachweis 126; durch automatische Anreicherung an einer kleinen Fläche 449; lösungsspektralanalytische Untersuchung 280; komplexometrische spektralphotometrische Titration 451; chelatometrische Bestimmung 285; Bestimmung von Gesamteisen in Mischungen aus Eisen(II) und Eisen(III) 56; flammenphotometrische Bestimmung neben Th, U, F und PO_4 56; Abtrennung von Niob und Tantal 117; von Rhenium in Legierungen 133; Bestimmung in Wein 69; zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und Verbindungen 454; Bestimmung in Messing 298; in Vanadiumkontaktmasse 310; in Schwefel 457; in Selen 132; von Spuren in Molybdän und seinen Verbindungen 458; in metallischem Kobalt und Kobaltoxid 136; in Kathodennickel 135; in Silicaten 202, 203; neben Titan in Ilmenit 205; Bestimmung verschiedener Oxydationsstufen in hochschwefelhaltigen Eisenerzen 143; Bestimmung in Carbonatsteinen 307; in Steinsalz 138; in Smaltine 308; von Spuren in Alkali- und Erdalkalilösungen 123; Bestimmung in Pflanzen 461; in Erdölen 313; Einfluß auf die Goldbestimmung mit Quecksilber(I)-chlorid 372; auf die Berylliumbestimmung 113; auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Zirkoniumbestimmung 52; auf die Manganbestimmung mit Permanganat in Pyrophosphatlösung 55; Bestimmung von Kupfer in Gegenwart von Eisen 442; von Aluminium neben Eisen mit Eriochromcyanin 375; von Uran neben Eisen 377; von kleinen Mengen Plutonium 445; von Ruthenium(III) neben Eisen 452
Eisen(II), amperometrische Titration 380; Bestimmung in Silicatmineralien 205
Eisen(III), coulometrische Bestimmung 440; Titration mit ÄDTA und β-Diketonen als Indicatoren 255; Bestimmung mit Ferrocen 56; mit Pikraminsäure 353; Abtrennung 438; Abtrennung von Blei(II)-ionen 51; Bestimmung kleiner Mengen auch neben Stickstoffwasserstoffsäure 447; Nachweis von Kobalt neben Eisen(III) 57
Eisenerze, Bestimmung von Metallen durch Beta-Rückstrahlung 35; von verschiedenen Oxydationsstufen des Eisens in hochschwefelhaltigen Eisenerzen 143
Eisenhüttenindustrie, Verwendung der Röntgenfluorescenzspektrometrie 303
Eisenhydroxid, Aufbau und Linienintensität in der Spektralanalyse 163
Eisen(III)-ionen, Adsorption an Filterpapier 436
Eisenoxid, Untersuchung durch Röntgenstrahlenbeugung 280; Bestimmung in Silicaten 202; von FeO neben Fe_2O_3 in hochschwefelhaltigen Erzen 144
Eisenoxidrot, Bestimmung von Titan 309
Eisenproben, Bestimmung von Blei und Kupfer 134
Eisensulfid, Aufbau und Linienintensität in der Spektralanalyse 163
Eisentetroxid (Fe_3O_4), Aufbau und Linienintensität in der Spektralanalyse 163
Eisentrioxid, Aufbau und Linienintensität in der Spektralanalyse 163
Eiweiß, Mikrobestimmung 232; Bestimmung löslicher Fraktionen 233; Analyse der Aminosäurezusammensetzung des Bence-Jones-Eiweißkörpers 229
Eiweißhydrolysate, Bestimmung von Aminosäuren 229
Eläostearinsäure, Bestimmung in Samenöl 216
Elektroblech, Bestimmung von Bor 333
Elektrochromatographie, zum Studium von Ionen 170
Elektroden, Erhöhung der Nachweisgrenze bei der Wechselstrompolarographie an festen Elektroden 282; Berechnung zur Polarographie irreversibler Systeme an festen Elektroden 281; Kupfer-Amalgam-Elektrode zur Abtrennung von Wismut von kleinen Cadmiummengen 448; Verwendung der Graphitelektrode in der Voltammetrie und Chronopotentiometrie 438; Kohlenstoff-Rußelektrode in der Coulometrie 439; Elektroden aus Graphitpaste für anodische Voltammetrie 126; Verwendung der Platinelektrode zur polarographischen Bestimmung von Jodid neben anderen Halogeniden 17

Elektrolyte, konduktometrische Bestimmung in papierchromatographischen Flecken 436
Elektronenbeugungsanalyse, für Festkörper 412
Elektrophorese, Geräte zur Trennung von Substanzen mit wenig verschiedenen Beweglichkeiten 126; Prüfung einer Vorrichtung zur Zonenelektrophorese in Stärke auf die besten Arbeitsbedingungen 280
Elementaranalyse, Verbrennung im leeren Rohr 363; Zerstörung organischer Stoffe zwecks Spurenbestimmung von metallischen Verunreinigungen 58; Mikrobestimmung von Kupfer in organischen Verbindungen 58; Bestimmung von Quecksilber in Quecksilberverbindungen 58; Kenntnis der Vorgänge bei der C-H-Analyse 363; gaschromatographische Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 285, 286; Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in fluorhaltigen Verbindungen 286; von Stickstoff in organischen Substanzen 59; von Arsen in organischen Verbindungen 287; von Sauerstoff in organischen Verbindungen 287; Sauerstoffkolbenmethode bei der Bestimmung schwefelhaltiger organischer Substanzen 288; Bestimmung von Schwefel und Halogenen in organischen Substanzen 60; Fluorbestimmung (Berichtigung) 240; Bestimmung von Chlor in brennbaren organischen Substanzen 61; Natriumdiphenylreagens zur Bestimmung von organisch gebundenem Chlor 60
Elemente, flammenphotometrische Untersuchungen über die Emission und den Zusatz organischer Lösungsmittel 414
Elixiere, Bestimmung von Phenobarbital 151
Emaillen, Analyse 144
Emission, Untersuchungen über die flammenphotometrische Emission einiger Elemente in Gegenwart organischer Lösungsmittel 414
Endpunktsbestimmung, in der Potentiometrie 4
Endrin, infrarotspektroskopische Bestimmung 259; Bestimmung neben Thiodan in schwarzen Johannisbeeren 147
γ-Energie, zur Identifizierung von γ-Strahlen 124
Ephedrinhydrochlorid, Abtrennung von Veritolsulfat 392
EPN, Identifizierung 146
Epoxyharze, Nachweis von Harzen auf der Basis aromatischer Amine 218
Erbium, Bestimmung 51
Erdalkalicarbonate, flammenphotometrische Natriumbestimmung 139
Erdalkalien, Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 52
Erdalkalilösungen, Verwendung des Ringofens zur Schwermetallspurenanalyse 123
Erdöl, Bestimmung von verschiedenen Metallen 313
Erdölfraktionen, Bestimmung von Chlorverbindungen 314
Erdölindustrie, Bestimmung von Kohlenstoff auf nichtleitenden Katalysatoren 80
Erdölprodukte, Bestimmung von Halogenen 315
Ergomesocain, Bestimmung 150
Eriochromcyanin-R, zur Bestimmung von Aluminium neben Eisen 375; in Wasser 402
Erze, Bestimmung von Gold 139; von Zink und Blei 140; von Cadmium 140; von Aluminium 360; von Uran 378; von Uran und Thorium durch Gammastrahlenspektren 141; von Vanadium mit Redoxal 125; des Metallgehaltes von Eisenerzen durch Beta-Rückstrahlung 35
Erzproben, Bestimmung von Uran und Thorium nebeneinander 377
Escheria coli, Trennung der Proteine 234
Essigsäureester, Bestimmung 385
Ester, gaschromatographische Untersuchung aliphatischer Ester 62
Ester niederer Fettsäuren, Bestimmung in ätherischen Ölen 384
Eugenol, gaschromatographische Abtrennung mit Wasserdampf als beweglicher Phase 122
Europium, Bestimmung 51
Extraktion, Bericht über Verfahren multiplikativer Extraktion 441
Extraktionsrückstände, Bestimmung von Uran 376

Farbanstriche, Bestimmung der Toxicität von wachstumshemmenden Farbanstrichen 148
Farbstoffe, Extraktion saurer Farbstoffe mit quartären Ammoniumbasen 383
Fehlererchnung, in der Analytischen Chemie 81

Ferrocen, zur Bestimmung von Eisen-(III) 56
Ferrochrom, spektrographische Analyse 306
Ferrochromschlacken, photoelektrische Spektralanalyse 146
Ferrolegierungen, spektrographische Analyse 306
Ferromangan, Bestimmung von Mangan 458, 459
Ferromolybdän, spektrographische Analyse 306
Ferroniobium, spektrographische Analyse 306
Ferrovanadium, spektrographische Analyse 306
Ferrowolframschlacken, photoelektrische Spektralanalyse 146
Festkörper, Untersuchung durch Elektronenbeugungsanalyse 412
Fett, Bestimmung von Nordihydroguajaretsäure und Butylhydroxyanisol in Schweinefett 73; Bestimmung von Antioxydantien 214
Fettalkohole, gasflüssigkeitschromatographische Bestimmung 290
Fettsäuren, papierchromatographische Bestimmung ungesättigter Fettsäuren in Leinsaatöl 40; Bestimmung im Samenöl von Trichosanthes anguina 216; in Alkydharzen 318; der Ester niederer Fettsäuren in ätherischen Ölen 384; Bestimmung in biologischm Material 226; niederer Fettsäuren in biologischem Material 64
Feuchtigkeit, Bestimmung in silicatischen Gesteinen und Mineralien 203
Fichtennadeln, Bestimmung von Gesamtschwefel 431
Filterpapier, Adsorption von Kupfer-, Blei-, Cadmium-, Zink- und Nickelionen 436
Fischleberöle, Bestimmung von Vitamin A 76
Flammenphotometrie, Abhängigkeit der Emission einiger Elemente vom Zusatz organischer Lösungsmittel 414
Flavanoidverbindungen, Identifizierung und Bestimmung 214
Flavonoide, Chromatographierung an Polyamidpulver 295.
Flüssigkeits-Dosiervorrichtung, für das Massenspektrometer 440
Fluor, Bestimmung in Berylliummetall 298; in organischen Verbindungen (Berichtigung) 240; in biologischem Material 225
Fluorescenzindicatoren, Anwendung in der Chelometrie 285
Fluorid, Abtrennung von Niob und Tantal 117; spektralphotometrische Bestimmung in der Luft 453; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 52; auf die komplexometrische Eisenbestimmung 257
Fluoride, Bestimmung organischer Fluoride 292; Bestimmung von Eisen neben Fluoriden 56
Fluorverbindungen, Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 286
Flußspat, innerer Standard bei der Untersuchung von Eisenoxiden durch Röntgenstrahlenbeugung 280
Forensische Chemie, spektralanalytische Untersuchung kleiner Proben 240
Formaldehyd, Verbrennung 367
Fructose, Bestimmung in Eiscreme 72; in der Cerebrospinalflüssigkeit 237
Fuchsin, Bestimmung in fetthaltigen und fettlosen Salben 154; in Salben, die Dehydracetsäure enthalten 155
Fungicide, Bestimmung von 2,2-Dichlor-4-nitranilin 219; Identifizierung von 2,3-Dichlor-1,4-naphthochinon in Phygon 147
Furazolidon, Bestimmung 68
Furcellaran, Bestimmung von 3,6-Anhydrogalaktose und Galaktose 212
Futtermittel, Bestimmung von Zucker 218; von Nitrofurazon 220; von Furazolidon und Nitrofurazon in Vieh- und Geflügelfutter 68

Gadolinium, Bestimmung 51
Gärungscitronensäure, Bestimmung 235
Galaktose, Bestimmung in Eiscreme 72; in Polysacchariden von Meeresalgen 212
Galenische Präparate, Prüfung auf Alkaloide 393
Gallatester, Bestimmung in Fetten 214
Gallium, flammenphotometrische Emission in Gegenwart organischer Lösungsmittel 416; Mikrobestimmung 92; Abtrennung von Kupfer 95; von Quecksilber 95; von Indium und anderen Metallen 92; von Thallium und Antimon 460; Bestimmung in Antimon 130; in Schwefel 457; in Selen 132; in Gesteinen 137, 142
Gammaenergie, zur Identifizierung von Gammastrahlern 124
Gammastrahler, Identifizierung durch Halbwertszeit und Gammaenergie 124

Gaschromatographie, Auflösung-Trennzeit-Verhältnis für die Gasverteilungschromatographie 119; Retentionstemperatur und Säulenwirkungsgrad bei der temperaturprogrammierten Gaschromatographie 120; Verwendung von Silicongummi oder -fett 435; o-Phthalsäure-di-(3,3,5-trimethylcyclohexyl)-ester als stationäre Phase 423; Verwendung von Wasserdampf oder von Dämpfen organischen Lösungsmittel als bewegliche Phase 121; Einsatz eines Massenspektrometers 121; von Capillarkolonnen 121; Photodetektor für die Gaschromatographie 122; Wärmeleitfähigkeitsdetektor mit besonders niedrigem Geräuschpegel 435; Verwendung einer H.F.-Spule als Detektor 120; zur Untersuchung organischer Verbindungen 61; zur Trennung leichter Kohlenwasserstoffe 288; zur Unterscheidung unbekannter Substanzgemische in der Industrie plastischer Massen 122
Gase, Analyse der Gasgemische bei der Sulfochlorierung von Kohlenwasserstoffen 198; Nachweis von Giftgasen in Pulmonarluft nach dem Ableben 398
Gasgemische, Analyse auf NO_2, NOCl und Cl_2 197
Geburtstag, 70. Geburtstag von F. Feigl 1
Geflügelfutter, Bestimmung von Furazolidon und Nitrofurazon 68
Gefriergetrocknete Substanzen, Bestimmung von Wasser 397
Gemeinschaftsversuche, Auswertung mit Hilfe von Fehlerrechnung und Statistik 81
Gemische, Abtrennung von Quecksilber(II) 356; gaschromatographische Untersuchung unbekannter Substanzgemische 122
Gentisinsäure, Bestimmung 294
Geräuschpegel, Wärmeleitfähigkeitsdetektor mit besonders niedrigem Geräuschpegel für die Gaschromatographie 435
Geranylacetat, Bestimmung im Citronenöl 149, 385
Gerbstoffe, Identifizierung und Bestimmung von kondensierten Gerbstoffen 214
Germanium, Bestimmung 379
Gesamtwasser, Bestimmung in silicatischen Gesteinen und Mineralien 203
Gesteine, Bestimmung von Feuchtigkeit, Gesamtwasser, Kohlendioxid und Gesamtkohlenstoff 203; spektrochemische Bestimmung einiger Elemente 137; Bestimmung von Beryllium 204; von Scandium 141; von Gallium 142; von Thallium 459; von Vanadium 142
Gewebsextrakte, Bestimmung von Zuckerphosphaten 235
Giftgase, Nachweis in Pulmonarluft nach dem Ableben 398
Gitaloxin, Farbreaktion 393
Gitoxigenin, Farbreaktion 393
Gitoxin, Farbreaktion 393
Glas, Bestimmung von Mangan in Spezialgläsern 145
Glasfaserpapier, zur chromatographischen Bestimmung von Zuckern, Uronsäuren und ähnlichen Verbindungen 65
Glucoscillaren A, Wertbestimmung 152
Glucose, Bestimmung in Eiscreme 72; in der Cerebrospinalflüssigkeit 237
6-Glucoxy-7-hydroxycumarin, Bestimmung in Pflanzen 211
Glucuronsäure, quantitative Bestimmung 151
Glühverlust, Bestimmung in Silicaten 202
Glutaminsäure, Bestimmung neben β-Aminobuttersäure in Mehl 74
Glutaminsäure-Decarboxylaseaktivität, Bestimmung in Mehl 74
Glycerin enthaltende Bäder, Bestimmung von Indium und Zinn 311
Glycinkresolrot, zur Bestimmung von Aluminium in Erzen 360, 361
Glykoside, Farbreaktionen 392; Wertbestimmung der herzaktiven Glykoside von Scilla maritima L. var. alba 152
Gold, Extraktion als Polyäthylenglykol-Goldbromid 166; Tüpfelnachweis mit Hexacyanoferrat(II) 47; Bestimmung mit Quecksilber(I)-chlorid 372; extraktiv-photometrische Trennverfahren 166; Bestimmung neben Silber, Kupfer und Nickel 48; Bestimmung in Erzen und Mineralien 139
Gold(I), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436
Gold(III), Bestimmung mit Pikraminsäure 353
Goldbromid-Polyäthylenglykol, zur Extraktion von Gold 166
Gold-Platinlegierung, Elektronenreflexbild 413
Graham-Salz, Analyse 209

Graphitelektrode, Verwendung in der Voltammetrie und Chronopotentiometrie 438
Graphitpaste, für Elektroden für die anodische Voltammetrie 126
Grubenluft, Bestimmung radioaktiver Blei- und Wismutisotope 452
Guanidin, Tüpfelreaktionen 292; Bestimmung in Kalkstickstoffdüngemitteln 311
Guanidinderivate, Tüpfelreaktionen 292
Guajacol, gaschromatographische Abtrennung mit Wasserdampf als beweglicher Phase 122
Guthion, Identifizierung 146

Haare, Bestimmung von Thalliumspuren 223
Hämatit, Untersuchung durch Röntgenstrahlenbeugung 280
Hämatoxylin, zur Bestimmung von Aluminium in Wasser 401
Hafnium, Extraktion aus salpeter- und schwefelsauren Lösungen 52; Abtrennung von Zirkonium 438; Bestimmung in binären Mischungen von Zirkonium- und Hafniumoxid 209; Bestimmung von Uran 200
Halbwertszeit, zur Identifizierung von Gammastrahlern 124
Halogene, Mikrobestimmung in organischen Substanzen 60; in Polymeren und anderen Erdölprodukten 315
Halogenide, polarographische Bestimmung von Jodid im Überschuß anderer Halogenide 17; Bestimmung von Zirkoniumdioxid 208
Harn, Mineralisierung bei der Untersuchung auf Blei 224; Bestimmung sehr kleiner Mengen Blei 397; von 17-Ketosteroiden 435; siehe auch Urin
Harnextrakt, Bestimmung acetaldehydogener Steroide 238
Harnstoff, Tüpfelreaktionen 292; Bestimmung von Restwasser in kristallisiertem und geprilltem Harnstoff 349
Harnstoffderivate, Tüpfelreaktionen 292
Hartblei, Bestimmung von Zinn 456
Hellebrin, Farbreaktion 393
n-Heptanal, Bestimmung in Citronenöl 149
l-Heptanol, Bestimmung von Wasserstoffperoxid 284
o-Heptylphenol, gaschromatographische Abtrennung 425
Herbicide, Bestimmung von 4-Chlor-2-methylphenoxyessigsäure 148
Herzglykoside, Farbreaktionen 393
Herzwirksame Pflanzen, Farbreaktionen der Aglykone und Glykoside 392
Hexacyanoferrat(II), zum Tüpfelnachweis von Gold 47
Hexamethylentetramin, Bestimmung in Lebensmitteln 240
n-Hexan, Bestimmung in Petroläther 463
n-Hexanol, Bestimmung im Citronenöl 149
l-Hexanol, Bestimmung von Wasserstoffperoxid 284
3-Hexen-1-ol, Bestimmung in Citronenöl 385
Hexene, Bestimmung in Isopren 289
Hochfrequenztitration, von Lösungsmitteln schwacher Säuren 282
Hochfrequenztitrimeter, zur Säure-Base-Titration und zu jodometrischen Bestimmungen 283
Holimum, Bestimmung 51
Holunderblüten, Bestimmung von Rutin 296
Holzcellulosehydrolysate, Bestimmung von Zuckern 315
Homogentisinsäure, Bestimmung 294
Hühnereiweiß, Trennung der Proteine an Diäthylaminoäthylcellulose 234
Hüttenprodukte, Vollständigkeit der Erfassung des Schwefelgehaltes bei verschiedenen Verbrennungsverfahren 134
Hydrazin, Bestimmung mit Selendioxid 447
Hydrazinsulfat, zur Titration von Quecksilber(II) 374
Hydrochinon, Beziehung zwischen Massenspektrum und Struktur 67; Bestimmung 294
Hydrogencarbonat, Bestimmung neben Carbonat 283
Hydroxyäthylcellulose, Nachweis 315
Hydroxybenzoesäure, Bestimmung eines Gemisches von Methyl- und Propylestern 388
p-Hydroxybenzoesäure, quantitative Bestimmung in Käse 76
Hydroxycarbonsäuren, Tüpfelreaktionen 292
Hydroxychinolin, zur colorimetrischen Bestimmung von Aluminium 323
Hydroxysubstitutionen, gaschromatographische Untersuchung 62
7-(2-Hydroxy-4-sulfonaphthylazo)8-hydroxychinolin, Indicator in der Chelatometrie 285
Hydroxyzin, Bestimmung von Prednisolon 392
Hyoscinchlorhydrat, Bestimmung 387

Ilmenit, Bestimmung von Eisen und Titan nebeneinander 205
Indicatoren, Anwendung von Fluorescenz- und Chemilumineszenzindicatoren bei der Chelatometrie 285; Redoxindicator bei Titrationen in alkalischem Medium 125; Verwendung von β-Diketonen als Metallindicatoren bei der komplexometrischen Eisen-(III)-bestimmung 255; 2-Chinizarinsulfonsäure und 2-Phenoxychinizarin-3,4′-disulfonsäure, Indicatoren bei der Bestimmung von Thorium 376; Nitrosochromotropsäure als Indicator bei der komplexometrischen Titration von Kupfer(II) 248; Xylenolorange für die komplexometrische Titration von Zirkonium 446
Indium, Mikrobestimmung 92; Bestimmung durch oscillographische Polarographie 439; Abtrennung von Kupfer, Zink, Cadmium und Nickel 97; Mikrotrennung von Gallium und anderen Elementen 92; Bestimmung in Schwefel 457; in Selen 132; in Sphalerit 142; in glycerinhaltigen Bädern 311; Bestimmung von Zink 198; von Pb, Cd und Zn 198
Injektionslösungen, Analyse atropin- oder scopolaminhaltiger Opiumalkaloid-Injektionslösungen 159
Inositphosphorsäureester, Trennung und Charakterisierung 66
Insecticidgemische, infrarotspektroskopische Untersuchung 259
Interhalogene, Bildung 55
Ionen, elektrochromatographische Untersuchung 170
Ionenaustauscher, einfache Säule für Ionenaustauscher 321
Ionenstrom, Messung des Gesamtionenstromes im Massenspektrometer 440
Ionol, Bestimmung in Polyäthylen 317
Iridium, Abtrennung von Platin und Rhodium 381
Irreversible Systeme, Berechnungen zur Polarographie irreversibler Systeme an festen Elektroden 281
Isobutylen, Bestimmung in Isopren 290
Isonicotinsäurehydrazid, Bestimmung 391
Isooctylalkohol, chromatographische Abtrennung 63
Isopren, Verfolgung der Rektifizierung 289
Isopropanol, Einfluß auf die flammenphotometrische Emission von Ka, Mg, Ca, Sr, Ba, Cu, Ag und Ga 418/421
Jod, Bestimmung in Legierungen für thermoelektrisches Material 131
Jod-131, bei der papierchromatographischen Bestimmung ungesättigter Fettsäuren in Leinsaatölen 40
Jodbromid, Bildung 55
Jodchlorid, Bildung 55
Jodid, Nachweis 126; polarographische Bestimmung neben einem Überschuß anderer Halogenide 17
Jodionen, zum Nachweis von Thallium 279
Jodometrische Bestimmungen, mit dem Hochfrequenztitrimeter 283
Johannisbeeren, Bestimmung der Pesticide Thiodan und Endrin 147

Kabelmantellegierungen aus Blei, Bestimmung von Kupfer 199
Käse, Bestimmung von p-Hydroxybenzoesäure 76
Kalium, flammenphotometrische Emission in Gegenwart organischer Lösungsmittel 416; Bestimmung mit Tetraphenyloborat 157; Titration mit ÄDTA 221; Bestimmung in blasenhaltigen Aluminiumplatten 299; in Vanadiumkontakten 310; in Silicaten 202, 203; im Serum 221; im Blutserum 221; Einfluß auf die Manganbestimmung 254
Kaliumchlorid, Bestimmung von Spuren in Rubidiumchlorid 460
Kaliumhexacyanoferrat(III)-lösung, zur Titration von Vanadium(IV) 125
Kalkammoniak, Bestimmung 343
Kalkammonsalpeter, Bestimmung 343; Bestimmung des Restwassers in borsäurehaltigem Kalkammonsalpeter 349
Kalkstickstoffdüngemittel, Bestimmung von Cyanamidderivaten 311
Kaolinit, Elektronenbeugungsbild 412
Kapseln, Bestimmung von Phenobarbital 151
Kartoffelflocken, Bestimmung von Butylhydroxyanisol und Butylhydroxytoluol 74
Katalysatoren, Bestimmung von Kohlenstoff auf nichtleitenden Katalysatoren der Erdölindustrie 80
Kathodennickel, Bestimmung von Eisen 135
Kemate, Bestimmung 220
Keramische Produkte, Analyse 144
Kernexplosionen, Nachweis radioaktiver Verunreinigungen in der Luft als Folge von Kernexplosionen 452

Kernplattenmethode, zur Bestimmung von Thorium in verschiedenen Stoffen 444
Kernreaktoren, Bestimmung von Uran in aufgearbeiteten Brennelementen 445
Kerosin, Bestimmung im Blut 399
Ketone, Trennung und Bestimmung von Terpenketonen 296
17-Ketosteroide, Bestimmung im Harn 435
Ketosubstitutionen, gaschromatographische Untersuchung 62
Kieselsäure, Bestimmung in Smaltine 308
Kobalt, Nachweis 126; von Submikromengen durch katalytische Beeinflussung verschiedener Reaktionen 450; Überprüfung der Bestimmungsmethoden 57; spektralphotometrische komplexometrische Titration 451; chelatometrische Bestimmung 285; Nachweis neben Eisen(III) 57; Abtrennung von Niob und Tantal 117; Abtrennung von Rhenium in Legierungen 133; zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und anderen Verbindungen 454; Bestimmung im Schwefel 457; in Selen 132; durch Neutronenaktivierung im Stahl 134; Bestimmung in nichtrostendem Stahl 135; in Magnetlegierungen 135; von Spuren in Nickel 136; Bestimmung in Gesteinen 137; in Smaltine 308; in Emaillen und anderen keramischen Produkten 144; in Pflanzen 461; Einfluß auf die Silberbestimmung 105; auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Borbestimmung 333; auf die Manganbestimmung mit Permanganat in Pyrophosphatlösung 55; Bestimmung von Eisen in metallischem Kobalt 136
Kobalt-60, bei der Untersuchung von Kobaltmineralien 308
Kobalt(II), Abtrennung 438
Kobaltammine, Bestimmung von Kobalt 57
Kobaltcyanide, Bestimmung von Kobalt 57
Kobaltmineralien, Untersuchung mit Hilfe von Kobalt-60 308
Kobaltoxid, Bestimmung von Eisen 136
Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Alkohol 226
Kohle, Bestimmung des Aschengehaltes durch Beta-Rückstrahlung 35
Kohlendioxid, Bestimmung in silicatischen Gesteinen und Mineralien 203; Bestimmung im Plasma 223
Kohlenmonoxid, Verbrennung in der Elementaranalyse 363
Kohlenstoff, Bestimmung von Gesamtkohlenstoff in silicatischen Gesteinen und Mineralien 203; von organischem Kohlenstoff im Boden 206; auf nichtleitenden Katalysatoren der erdölverarbeitenden Industrie 80; gaschromatographische Bestimmung in organischen Substanzen 285, 286; Bestimmung in fluorhaltigen Verbindungen 286
Kohlenstoff-Ruß-Elektrode, Anwendung in der Coulometrie 439
Kohlenstoff-Wasserstoff-Analyse, Kenntnis der Vorgänge 363
Kohlenstoffzahl, Beziehung zur Peakhöhe bei der Untersuchung von Paraffin- und Olefinkohlenwasserstoffen 62
Kohlenwasserstoffe, Oxydation aliphatischer und aromatischer Kohlenwasserstoffe zur Elementaranalyse 365; Trennung leichter Kohlenwasserstoffe durch Adsorptions-Gaschromatographie 288; Analyse der Gasgemische bei dor Sulfochlorierung 198; Trennung und Bestimmung von Terpenkohlenwasserstoffen 296
Kolonnen, Capillarkolonnen in der Gaschromatographie 121
Komplexometrische spektralphotometrische Titrationen, Endpunktsindizierung und Steuerung 451
Komplexometrische Titrationen, photometrisches Auswertungsverfahren der Analyse kleiner Metallmengen 241; Solochromschwarz P.V. als Reagens 11
Kondensmilch, Bestimmung von Saccharose in gezuckerter Kondensmilch 383
Konjuensäure, Aufklärung im Samenöl von Trichosanthes anguina 216
Konservierungsstoffe, toxikologische Prüfung in der Lebensmitteltechnologie 240
Kornstrukturen, Bestimmung in einer Zink-Zinn-Verbindung und einer Aluminium-Zinn-Verbindung 284
Kresole, Beziehung zwischen Massenspektren und Struktur 67; gaschromatographische Abtrennung 425; mit Wasserdampf als beweglicher Phase 122
Küken, Trennung der Proteine des Brustmuskels 234
Kulturfiltrate, Bestimmung von Phenoxymethylpenicillin 156

Kupfer, Verwendung der Kupferbindungsfähigkeit bei der Bestimmung von Proteinen 233; flammenphotometrische Emission in Gegenwart organischer Lösungsmittel 416; Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436; Verhalten des Mercaptids gegen verschiedene Reagentien 187; Nachweis 126; lösungsspektralanalytische Bestimmung 280; photometrische Bestimmung mit 2,4-Pentandiketondioxim 371; spektralphotometrische komplexometrische Titration 451; chelatometrische Bestimmung 285; gravimetrische Bestimmung 47; Abtrennung von Gallium 95; von Indium 97; von Niob und Tantal 117; Bestimmung in Gegenwart von Eisen 442; Abtrennung von Rhenium in Legierungen 133; zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und anderen Verbindungen 454; Bestimmung in Letternmetall und Lagermetall auf Bleibasis 199; in Blei und Blei-Kabelmantellegierungen 199; in Antimon 130; im Schwefel 457; in Selen 132; in Eisenproben 134; im Stahl 304; durch Neutronenaktivierung im Stahl 134; Bestimmung in Magnetlegierungen 135; flammenphotometrische Bestimmung in Mineralgemischen 459; Bestimmung von Spuren in Schwefelsäure 211; in Alkali- und Erdalkalilösungen 123; Bestimmung in organischen Verbindungen 58; in Pflanzen 461; Einfluß auf die Silberbestimmung 105; auf die Goldbestimmung mit Quecksilber(I)-chlorid 372; auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Zirkoniumbestimmung 52; auf die Manganbestimmung mit Permanganat in Pyrophosphatlösung 55; Bestimmung von Gold neben Kupfer 48

Kupfer(II), coulometrische Bestimmung 440; komplexometrische Bestimmung mit Nitrosochromotropsäure als Metallindicator 248; Abtrennung 438

Kupfer-Amalgam-Elektrode, zur Trennung von Wismut und geringen Mengen Cadmium 448

Kupferfunkenmethode, zur Bestimmung von Aktinium und Radium 51

Kupferionen, Adsorption an Filterpapier 436

Kupfer(II)-sulfat, Einfluß von Säuren und Salzen auf die potentiometrische Bestimmung 124

Kurzes Lehrbuch der anorganischen und allgemeinen Chemie. 6. Aufl. (Jander-Spandau) 118 [L]

Labor-Vakuumprüfer, als Detektor in der Gaschromatographie 120

Lactose, Bestimmung in Eiscreme 72

Lagermetall, Bestimmung von Kupfer 199; von Antimon 454

Lanthan, Bestimmung 51; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14

Laurylgallat, Bestimmung in Fetten 215

Lebensmittel, Bestimmung von Vitamin B_1 77; von Vitamin E 78

Lebensmitteltechnologie, toxikologische Untersuchungen 240

Leber, Identifizierung von Barbitursäurederivaten 400

Legierungen, zerstörungsfreie Analyse 454; Analyse von Legierungen für thermoelektrisches Material 131; Bestimmung von Bor 304; von Antimon 454; von Rhenium 133

Legierungselemente, Einfluß auf die Borbestimmung im Stahl 332

Legierungslote, Bestimmung von Blei und Zinn 200

Leinsaatöl, Bestimmung ungesättigter Fettsäuren 40

Letternmetall, Bestimmung von Kupfer 199

Leuchtgas, Nachweis in Pulmonarluft nach dem Ableben 398

Limonen, Bestimmung im Citronenöl 149, 385

Linalool, Bestimmung im Citronenöl 149, 385

Lindan, infrarotspektroskopische Bestimmung 259

Linienintensität, Beeinflussung in der Spektralanalyse durch die chemische Bindung 161

Linolensäure, Bestimmung in Alkydharzen 318

Linolsäure, Bestimmung in Alkydharzen 318; in Samenöl 216

Lipoproteine, Trennung 234

Lobelinchlorhydrat, Bestimmung 387

Lösungen, Produktionskontrolle mit Hilfe oscillographischer Polarographie 439

Lösungsmittel, Säure-Basen-Reaktion in Lösungsmitteln mit niedriger Dielektrizitätskonstante 281; Trennung und Identifizierung kleiner Metallmengen in kleinen Lösungsmittelvolumina 437

Lösungsmitteldämpfe, Verwendung als bewegliche Phase in der Gaschromatographie 121
Lösungsspektralanalyse, Reproduzierbarkeit 280
Luft, Nachweis radioaktiver Verunreinigungen als Folge von Kernexplosionen 452; Bestimmung von Blei- und Wismutisotopen in Grubenluft 452; Bestimmung und Nachweis von Schwefelwasserstoff in Laboratoriumsluft 297; spektralphotometrische Bestimmung von Fluorid 453; Bestimmung konjugierter Olefine 297; Nachweis von Giftgasen in der Pulmonarluft nach dem Ableben 398
Lutetium, Bestimmung 51
Lysin, Bestimmung 229; durch Lysinoxydase und -racemase 230
Lysinoxydase, bei der Lysinbestimmung 230
Lysinracemase, bei der Lysinbestimmung 230

Mageninhalt, Identifizierung von Barbitursäure 400
Magnesium, flammenphotometrische Emission in Gegenwart organischer Lösungsmittel 416; spektralphotometrische Titration 11; komplexometrische Titration 48, 285; thermometrische Titration neben Calcium 443; Abtrennung von Niob und Tantal 117; Bestimmung neben größeren Mengen Mangan 373; Bestimmung in Mineralien und Wasser 204; in Silicaten 202, 203; in eisenhaltigen Carbonatsteinen 307; im Steinsalz 138; in hochmanganhaltigen Salzschmelzen 372; Bestimmung von intracellularem Magnesium 222; Bestimmung in Vollblut und Blutserum 221; Störung durch Mangan bei der Bestimmung von austauschbarem Magnesium im Boden 206; Einfluß auf die Manganbestimmung 254; auf die komplexometrische Eisenbestimmung 257; Bestimmung von Uran neben Magnesium 377
Magnesium-Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Zirkonium 454
Magnetit, Untersuchung durch Röntgenstrahlenbeugung 280
Magnetlegierungen, Bestimmung von verschiedenen Metallen 135
Malathion, Identifizierung 146
Malonsäure, Titration 283
Maltose, Bestimmung in Eiscreme 72
Mangan, Nachweis 126; lösungsspektralanalytische Untersuchung 280; potentiometrische Titration mit Permanganat in Pyrophoshatlösung 55; komplexometrische Titration 48; gravimetrische Bestimmung 252; schnelle und saubere Abtrennung geringer Aktivitäten 448; Abtrennung von Niob und Tantal 117; Abtrennung von Rhenium in Legierungen 133; zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und Verbindungen 454; Bestimmung in Messing 298; in Antimon 130; in Schwefel 457; in Selen 132; im Stahl 304; durch Neutronenaktivierung in der Stahlanalyse 134; Titration in Ferromangan 458, 459; Bestimmung in Silicaten 202, 203; in eisenhaltigen Carbonatsteinen 307; in Spezialgläsern 145; in Pflanzen 461; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Calcium- und Magnesiumbestimmung in Salzschmelzen 372; auf die Borbestimmung 333; Störungen bei der Bestimmung des austauschbaren Magnesiums im Boden durch Mangan 206; Bestimmung von Calcium und Magnesium neben größeren Mengen Mangan 373
Mangan-Chrom-Nickel, Bestimmung von Bor 333
Margarine, Bestimmung von Vitamin A 76
Massenspektren, Beziehung der Massenspektren von Alkoholen und Phenolen zu ihrer Struktur 67
Massenspektrometer, Messung des Gesamtionenstromes 440; Einsatz in der Gaschromatographie 121; Flüssigkeitsdosierungsvorrichtung 440
Matrixeffekt, Korrekturformel zur Berechnung spektrochemischer Analysen 434
Meeresalgen, Bestimmung von 3,6-Anhydrogalaktose und Galaktose in den Polysacchariden 212
Meerwasser, Bestimmung von Bor 198; von Uran 127, 453
Mehl, Bestimmung von Glutaminsäure in Gegenwart von β-Aminobuttersäure zur Bestimmung der Glutaminsäuredecarboxylase-Aktivität 74
Mehrfachpapierchromatographie, Diagramm zur Ermittlung von R_f-Werten 107
Melamin, Bestimmung in Kalkstickstoffdüngemitteln 311
Mennige, chelatometrische Untersuchung 136

Menschen, Bestimmung von Spuren Thallium in den Haaren 223; Trennung der Lipoproteine des menschlichen Serums 234
Mercaptane, Reaktion mit verschiedenen Metallen 185; als Ersatz des Schwefelwasserstoffs in der Analyse 184
Mercaptide von verschiedenen Metallen, Verhalten 186
Mercaptoaneurin, Bestimmung 156
2-Mercapto-5-anilido-1,3,4-thiodiazol, Verwendung in der Analyse 184
Mercurierung von Benzol, Bestimmung von Nebenprodukten 59
Meromyosine, spektralphotometrische Titration 235
Mesocain, Bestimmung 150
Messing, Einfluß dritter Komponenten bei der spektrographischen Analyse 298; Bestimmung von Antimon 454
Metalle, Reaktion mit Mercaptanen 185; zerstörungsfreie Analyse 454; photometrisches Auswertungsverfahren komplexometrischer Titrationen 241; Bestimmung in Eisenerzen durch Beta-Rückstrahlung 35; Trennung durch Adsorption an Anionenaustauschern 438; Trennung und Identifizierung kleiner Metallmengen in kleinen Lösungsmittelmengen 437; Zerstörung organischer Stoffe zur Bestimmung metallischer Verunreinigungen 58
Metallische Additive, Bestimmung in Schmierölen 462
Meteorite, Bestimmung von Scandium 141; von Vanadium 142
Methan, Verbrennung 363, 365, 367
Methanol, Bestimmung in Sprit mit Chromotropsäure 71; in Serum und Cerebrospinalflüssigkeit 399; Einfluß auf die flammenphotometrische Emission von K, Mg, Ca, Sr, Ba, Cu, Ag und Ga 418/421
Methionin, Bestimmung 229
6-Methoxy-7-hydroxycumarin, Bestimmung in Pflanzen 211
N-Methylaminosäuren, Anfärbung auf Papierchromatogrammen 231
Methylamphetaminchlorhydrat, Bestimmung 387
Methylbutan, Bestimmung in Petroläther 463
3-Methyl-1-butanol, Bestimmung von Wasserstoffperoxid 284
Methylbutene, Bestimmung in Isopren 290
Methylcellulose, Nachweis 315
Methylchloracetat, Bestimmung 62
Methylcyclohexenyl-N-methylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Methylester, Bestimmung im Gemisch mit Propylester der p-Hydroxybenzoesäure 388
Methylgrün, zur Bestimmung von Phenoxymethylpenicillin 156
Methylheptenon, Bestimmung im Citronenöl 149, 385
Methyl-Methacrylat-Copolymere, gaschromatographische Untersuchung 216
2-Methyl-1,4-naphthochinon, Bestimmung 294
4-Methylnioxim, zur Bestimmung von Nickel 381
Methylparathion, Identifizierung 146
Methylpentan, Bestimmung in Petroläther 463
4-Methyl-2-pentanon, zur Bestimmung von Eisen neben anderen Metallen 56
Methylphosphorsäure, Verwendung des Diisoamyläthers zur Extraktion von Zirkonium und Hafnium 52
Methylpropan, Bestimmung in Petroläther 463
Mikroradiographie, Grundlagen der stereoskopischen Mikroradiographie 284
Milch, Bestimmung von Saccharose in gezuckerter Kondensmilch 383; Bestimmung von Vitamin B 77; Nachweis von Detergentien 319
Milcheiweiß, Bedingungen der Trennung 233
Milchtrockensubstanz, Bestimmung der fettfreien Milchtrockensubstanz 75
Mineralien, Bestimmung verschiedener Stoffe 308; von Feuchtigkeit, Gesamtwasser, Kohlendioxid und Gesamtkohlenstoff 203; von Kupfer 459; von Gold 139; von Ca und Mg 204; von Uran 376
Mineralwasser, Nachweis von Detergentien 319
Mohnalkaloide, Bestimmung der Gesamtmenge in der Pflanze 159
Molybdän, Bezugselement für die spektrographische Bestimmung von Ac und Ra 51; Abtrennung von Rhenium in Legierungen 133; zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und Verbindungen 454; Bestimmung im Stahl 304; in uranhaltigen Thoriumoxiden 207; in Pflanzen 312, 461; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Borbestimmung 333; auf die Zirkoniumbestimmung in Nioblegierungen 456; Bestimmung von Eisenspuren 458

Molybdänlegierungen, Bestimmung von Bor 302
Molybdän-Vanadiumlösung, zur Bestimmung metallischer Additive in gebrauchten Ölen 463
Molybdänverbindungen, Bestimmung von Eisenspuren 458
Molybdat, Abtrennung von Niob und Tantal 117
Monoallylmercaptan, Verwendung in der Analyse 184
α-Monoaminosäuren, Unterscheidung von anderen ninhydrinpositiven Stoffen 229
Mononaphthylmercaptan, Verwendung in der Analyse 184
Monophenylmercaptan, Verwendung in der Analyse 184
Morphin, Bestimmung in Mohnalkaloiden 159
Morphinhydrochlorid, Bestimmung 158
Morphinsulfat, Bestimmung 387
Mucopolysaccharasen, Bestimmung bakterieller Mucopolysaccharasen 239
Multivitamintabletten, Bestimmung von Vitamin A 76
Murexid, Indicator zur chelatometrischen Calciumbestimmung 372
Muskelextrakte, Trennung an Diäthylaminoäthylcellulose 234
Myosin, spektrophotometrische Titration 235
Myrcen, Bestimmung im Citronenöl 149

Nahrungsmittel, siehe Lebensmittel
1,4-Naphthochinon, Bestimmung 294
Narcein, Bestimmung 394; in Mohnalkaloiden 159
Narcotica, Bestimmung synthetischer Narcotica 157
Narcotin, Bestimmung in Mohnalkaloiden 159
Natrium, Bestimmung in blasenhaltigen Aluminiumplatten 299; in Vanadiumkontakten 310; in Silicaten 202, 203; in Erdalkalicarbonaten 139; Einfluß auf die Manganbestimmung 254
Natrium-Barium-ÄDTA, zur Bestimmung von Zink 373
Natriumdiphenylreagens, zur Bestimmung von Spuren Chlor 60
Natriumperoxid, Bestimmung von Carbonat 207
Natriumpiperidindithiocarbaminatlösungen, für amperometrische Titrationen 124
Natriumtetraphenyloborat, zur Bestimmung von Kalium im Serum 221
Neodym, Bestimmung 51
Neral, Bestimmung im Citronenöl 149
Neuraminsäure, Bestimmung in der Cerebrospinalflüssigkeit 237
Neutronen, Spurenbestimmung durch Aktivierungsanalyse mit schnellen Neutronen 283
Neutronenaktivierungsanalyse, zur Bestimmung kleiner Quecksilbermengen 49; Anwendung bei der Stahluntersuchung 133
Nichtbiologische Flüssigkeiten, Bestimmung von Thalidomid 236
Nichtwäßrige Lösungsmittel, Leitfähigkeitstitration von Säuren und Basen in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 124; photometrische Titration schwacher Säuren 441
Nickel, Nachweis 126; lösungsspektralanalytische Untersuchung 280; photoelektrische Bestimmung 170; polarographische Bestimmung 381; chelatometrische Bestimmung 285; Bestimmung mit 4-Methylnioxim 381; Abtrennung von Indium 97; Abtrennung von Niob und Tantal 117; von Rhenium in Legierungen 133; zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und anderen Verbindungen 454; Bestimmung im Schwefel 457; in Selen 132; im Stahl 304; in Magnetlegierungen 135; in Gesteinen 137; in Smaltine 308; in Erdölen 313; Einfluß auf die Silberbestimmung 105; auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Borbestimmung 333; auf die Bestimmung von Mangan mit Permanganat in Pyrophosphatlösung 55; Bestimmung von Gold neben Nickel 48; von Zink 198; von Uran neben Nickel 377; von Eisen in Kathodennickel 135; von Kobaltspuren 136
Nickel(II), Abtrennung 438
Nickeldimethylglyoximlösung, zum Nachweis von Chromat und Dichromat nebeneinander 448
Nickelionen, Adsorption an Filterpapier 436
Nicotinamid, Bestimmung 387
Ninhydrin, zur Anfärbung von n-Methylaminosäuren auf Papierchromatogrammen 231; Bestimmung von Aminosäuren mit dithionitreduziertem Ninhydrin 228
Ninhydrin-positive Stoffe, Unterscheidung von α-Monoaminosäuren 229
Niob, Bestimmung mit Chinaldinhydroxamsäure 115; Abtrennung von verschiedenen Elementen 117; Bestimmung im Stahl 304, 305; Ab-

trennung von Wolfram im Stahl 305; Bestimmung in Niobo-Tantaliten 143; Bestimmung von Titan neben Niob 380
Niob(V), Bestimmung durch oscillographische Polarographie 439
Nioblegierungen, Bestimmung von Zirkonium 456
Niobo-Tantalite, Bestimmung von Niob und Tantal 143
Nitrat, thermisches Verhalten 441; Bestimmung in Salpetern 139; von Mikrogrammengen in Chromsäure 52; Einfluß von Chloridionen auf die Nitratbestimmung nach Leithe 53
Nitratlösungen, Bestimmung von Uran 445
Nitrit, Bestimmung in Lebensmitteln 240
Nitro-aminotoluole, Bestimmung 294
o-Nitrobenzoesäure, hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 282
Nitrobenzol, Lösungsmittel bei der Bestimmung von Alkohol mit Vanadiumhydroxychinolat 63
Nitroderivate des Anilins, Bestimmung 67
Nitroderivate des Anisols, Bestimmung 67
Nitroderivate des Benzols, Bestimmung 67
Nitroferroin, Indicator zur Bestimmung von Oxalsäure mit Cer(IV)-sulfat 171
Nitrofurazon, Bestimmung 68; in Futtermittelmischungen 220
4-Nitropyridin-1-oxid, coulometrische Bestimmung 440
Nitrosochromotropsäure, Indicator bei der Kupfer(II)-bestimmung 248
Nitroso-R-Salz, zur Bestimmung von Kobalt in nichtrostendem Stahl 135
Nitro-p-toluidine, Abtrennung 294
Nitroverbindungen, Chromatographie aromatischer Nitroverbindungen an Polyamid 67
n-Nonanal, Bestimmung im Citronenöl 149, 385
Nordihydroguajaretsäure, Bestimmung in Schweinefett 72
Normvorschriften, in der chemischen Analyse 279
Nystatin, maßanalytische Bestimmung in nichtwäßriger Lösung 272

Oberflächenaktive Stoffe, Bestimmung von Polyoxyäthylen in nichtionogenen oberflächenaktiven Stoffen 317
Obst, Bestimmung der Rückstände von Dodecylguanidinacetat 382
n-Octanal, Bestimmung im Citronenöl 149
1-Octanol, Bestimmung von Wasserstoffperoxid 284
Octylacetat, Bestimmung im Citronenöl 149, 385
Octylgallat, Bestimmung in Fetten 215
Odorosid, Farbreaktion 393
Öl, Bestimmung metallischer Additive in gebrauchten Ölen 463
Ölsäure, Bestimmung in Alkydharzen 318; im Samenöl 216
Ofen, zur Konzentration von Chromatogrammflecken auf kleine Flächen 437
Oleamid, Bestimmung in Polyäthylen 317
Olefine, Bestimmung konjugierter Olefine in der Luft und in Abgasen 297
Olefinkohlenwasserstoffe, Beziehung zwischen Peakhöhe und C-Zahl 62
Opiumalkaloide, Bestimmung 157
Opiumalkaloid-Injektionslösungen, Bestimmung von Atropin und Scopolamin 159
Organische Basen, Trennung und Bestimmung 386
Organisches Material, Bestimmung in Böden 461
Organische Verbindungen, Nachweis von Verbindungen, die Wasser oder Ammoniak abspalten 291; gaschromatographische Analyse 61; Beobachtung der Oxydation 127; Zerstörung zwecks Bestimmung metallischer Verunreinigungen 58; Mikrobestimmung von Kupfer 58; gaschromatographische Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 285, 286; von Kohlenstoff und Wasserstoff in fluorhaltigen organischen Substanzen 286; von Stickstoff 59; von Arsen 287; von Sauerstoff 287; Sauerstoffkolbenmethode bei der Verbrennung von schwefelhaltigen organischen Substanzen 288; Bestimmung von Halogenen und Schwefel 60; Fluorbestimmung (Berichtigung) 240; Bestimmung von Chlor in verbrennbaren Substanzen 61; von Chlor mit Natriumdiphenylreagens 60
Orthophosphate, Bestimmung in Grahamsalz 209
Oscillographische Polarographie, bei der Produktionskontrolle von Lösungen 439
Osmium, Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436

Oxalat, Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 52
Oxalsäure, Titration 283; Titration mit Cer(IV)-sulfat in verschiedenen Medien 171
Oxalyldihydrazid, Bestimmung von Eiweiß 232
Oxide, thermisches Verhalten 441; Bestimmung der Mischungen von Zirkonium- und Hafniumoxid 209
Oxin, Übersicht über die Fällungsmethoden mit Oxin 284
Oxydantien, Untersuchung mit Hilfe der Additionsverbindungen von Azofarbstoffen und Schwefelsäure 320

Palladium, Bestimmung und Verwendung als Bezugselement zur spektrochemischen Untersuchung von Gesteinen 137
Palladium(II), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436
Palmitinsäure, Bestimmung in Alkydharzen 318; im Samenöl 216
Papaver, Untersuchung der in der Gattung Papaver enthaltenen Alkaloide 394
Papaveraldin, Bestimmung 396
Papaverin, Bestimmung 393, 396; R_f-Wert 393; Bestimmung in Mohnalkaloiden 159
Papaverinhydrochlorid, Bestimmung 158
Papaverinol, Bestimmung 396
Papierchromatographie, Diagramm zur Ermittlung von R_f-Werten bei der Mehrfach-Papierchromatographie 107; Stabofen zur Konzentration von Chromatogrammflecken auf kleine Flächen 437; Anordnung zur konduktometrischen Gehaltsbestimmung von Elektrolyten in papierchromatographischen Flecken 436; Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten einiger Metalle 436; Trennung von Alkali- und Erdalkalimetallen an imprägniertem Papier 442; Trennung von Kupfer-, Blei-, Cadmium-, Zink- und Nickelionen 436; Adsorption von Eisen(III)-ionen an Filterpapier 436; Verwendung zur Bestimmung reduzierender Zucker, Uronsäuren und ähnlicher Verbindungen an Glasfasern 65
Paraffin, Verbrennung 365
Paraffinkohlenwasserstoffe, Beziehung zwischen Peakhöhe und C-Zahl 62
Paraformaldehyd, Analyse 293
Parenterallösungen, Bestimmung von Phenobarbital 151
Peakfläche, Beziehung zur C-Zahl paraffinischer und olefinischer Kohlenwasserstoffe 62
Penicillin V, Bestimmung 156
Pentachlornitrobenzol, Bestimmung 148
Pentan, Verbrennung 365
n-Pentan, Bestimmung in Petroläther 463
2,4-Pentandiketon-dioxim, zur Kupferbestimmung 371
1-Pentanol, Bestimmung von Wasserstoffperoxid 284
Pentene, Bestimmung in Isopren 289
Pentobarbital, Bestimmung in Blut und Plasma 227
Peptidhydrolysate, Bestimmung von Aminosäuren 229
Perchlorat, Bestimmung in pyrotechnisch verwendetem Ammoniumperchlorat 210
Perchlorsäure, Titration von Oxalsäure in perchlorsaurem Medium 171
Peroxodisulfat, Nachweis 126
Pesticide, Identifizierung und Trennung von organischen Phosphaten, die als Pesticide verwendet werden 146; Bestimmung von Thiodan und Endrin in schwarzen Johannisbeeren 147
Petroläther, Analyse einer Petrolätherfraktion durch Verteilungschromatographie 463
Petroleum, Bestimmung von Carbazol und seinen Homologen im Wilmington-Petroleum 213
Pflanzen, Bestimmung von Bor mit Chinalizarin 79; von Al, Mn, Co, Cu, Fe, Mo und Zn 461; von Gesamtschwefel 431; von Molybdän 312; von Phenolsäuren 313; von Triphenylzinnresten 79; von verschiedenen Cumarinen 214
Pharmaceutica, gaschromatographische Prüfung auf Arsen 149; Bestimmung von Phenobarbital 151; von Vitamin A 77; von Alkaloiden 393
Pharmazeutische Analyse, Verwendung der Kolonnenschromatographie 384
Phenacetin, Abtrennung 400; Bestimmung in Mischungen 152, in Tabletten 152, 387; von Prodnisolon 392; von Spartein neben Phenacetin in Tabletten 394
Phenanthren, massenspektrometrische Meßwerte 440
Phenanthrenisochinoline, Bestimmung 394

Phenobarbital, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 151
Phenol, gaschromatographische Abtrennung 425; mit Wasserdampf als beweglicher Phase 122
Phenolderivate, Trennung an o-Phthalsäure-di-(3,3,5-trimethylcyclohexyl)-ester als stationäre Phase 423
Phenole, Beziehungen zwischen Massenspektren und Struktur 67; Bestimmung in Abwässern 129
Phenolsäuren, Bestimmung pflanzlicher Phenolsäuren 313
2-Phenoxychinizarin-3,4′-disulfonsäure, Indicator bei der Thoriumbestimmung 376
Phenoxymethylpenicillin, Bestimmung 156
Phenyläther, gaschromatographische Analyse von chlormethylierten Phenyläthern 295
Phenyläthylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Phenyläthyl-N-methylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Phenylalanin, Bestimmung im Serum 230
1-Phenyl-1-o-chlorphenyl-3-dimethylaminopropanol, Reinheitsprüfung 391
1,4-Phenyldicarbinol, Beziehung zwischen Massenspektrum und Struktur 67
p-Phenylendiamin, Tüpfelprobe 451
Phenylmethylbarbitursäure, R_f-Wert 400
Phenylquecksilber(II)-acetat, Bestimmung neben Quecksilber(II)-acetat 58; Bestimmung von Quecksilber 58
1-Phenyltetrazolin-5-thion, Verwendung des Natriumsalzes zur Cadmiumbestimmung 49
3-Phenyl-2-thiohydantoine, zur Bestimmung von Aminosäuren 228
Phosdrin, Identifizierung 146
Phosphat, Abtrennung von Niob und Tantal 117; Bestimmung in Rohphosphat und ähnlichen Produkten 307; des löslichen Phosphats im Superphosphat 307; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 52; Bestimmung von Eisen neben Phosphaten 56
Phosphatase, Bestimmung im Serum 239
Phosphate, Analyse im Grahamsalz 209; Identifizierung und Trennung von organischen Phosphaten, die als Pesticide verwendet werden 146
Phosphatide, Bestimmung und Trennung der homologen Phosphatide 227
Phosphatierung, Bestimmung von Zink in Lösungen 210
Phosphoniumsalze, Bestimmung 292
Phosphor, zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und anderen Verbindungen 454; Bestimmung in Antimon 130; in Schmierölen 462; in biologischem Material 224
Phosphormethylenverbindungen, Bestimmung 292
Phosphoroxychlorid, gaschromatographische Analyse von Gemischen mit Phosphortrichlorid 53
Phosphorsäurehalogenide, Bestimmung 292
Phosphortrichlorid, gaschromatographische Analyse von Gemischen mit Phosphoroxychlorid 53
Photodetektor, für die Gaschromatographie 122
Photographisches Material, röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung von Silber 435
Phthalanisochinoline, Bestimmung 394
Phthalidisochinoline, Bestimmung 394
Phthalsäureanhydrid, Bestimmung bei der Herstellung von Anthrachinon 68
o-Phthalsäure-di-(3,3,5-trimethylcyclohexyl)-ester, als stationäre Phase für die gaschromatographische Trennung von Phenolderivaten 423
N-Phthalylglutaminsäureimid, Bestimmung in Blut und nichtbiologischen Flüssigkeiten 236
Phygon, Identifizierung von 2,3-Dichlor-1,4-naphthochinon 147
Pigmentfarbstoff „Eisenoxidrot", Bestimmung von Titan 309
Pikraminsäure, zur Bestimmung von Gold(III), Eisen(III), Cer(IV) und Vanadium(V) 353
Pillen, Nachweis von Alkaloiden 393
Pilocarpin, Bestimmung 160
Pinene, Bestimmung im Citronenöl 149, 385
Piperazin, Bestimmung 296; Identifizierung und Unterscheidung 68
Piperidin, Lösungsmittel zur Hochfrequenztitration schwacher Säuren 282
Piperidindithiocarbaminatlösungen, Verwendung als Maßflüssigkeiten für amperometrische Titrationen 124
Plasma, Bestimmung von Kohlendioxid 223; von Sulfat 225; von Thiopental und Pentobarbital 227; von Citrullin 232
Plastikmaterial, Bestimmung von Wasser 316
Plastische Massen, Untersuchung von unbekannten Substanzgemischen in der Industrie plastischer Massen 122

Platin, Abtrennung von Iridium 381
Platin(IV), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436
Platinelektrode, zur Bestimmung von Jodid neben anderen Halogeniden 17
Platin-Goldlegierung, Elektronenreflexbild 413
Plutonium, Trennung der verschiedenen Oxydationsstufen 378; Bestimmung von Milligramm-Mengen neben großen Mengen Eisen und Uran 445; Bestimmung in Uranspaltproduktgemischen 299; in Uran-Plutonium-Spaltelement-Legierungen 300
Plutonium-Uran-Spaltelement-Legierungen, Bestimmung von Uran und Plutonium 300
Polarographie, theoretische Berechnungen irreversibler Systeme an festen Elektroden 281; Einsatz der oscillographischen Polarographie bei der Produktionskontrolle von Lösungen 439; Erhöhung der Nachweisgrenze bei der Wechselstrompolarographie an festen Elektroden 282
Polonium(IV), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436
Polyäthylen, Bestimmung von Additiven 317
Polyäthylenglykol-Goldbromid, zur Extraktion von Gold 166
Polyamid, zur Chromatographie aromatischer Nitroverbindungen 67
Polyamidpulver, zur Chromatographie von Flavonoiden 295; von Rutin und Arbutin 389
Polycaprolactam, zur Chromatographie aromatischer Nitroverbindungen 67
Polymere, thermische Stabilität 464; Bestimmung von Stickstoff in Acrylnitril-Polymeren 464; von Halogenen 315
Polyoxyäthylen, Bestimmung in nichtionogenen oberflächenaktiven Stoffen 317
Polyphosphate, Bestimmung in Grahamsalz 209
Polysaccharide von Meeresalgen, Bestimmung von 3,6-Anhydrogalaktose und Galaktose 212
Porphyrine, Bestimmung der δ-Aminolävulinsäure als Zwischenprodukt bei der Biosynthese 231
Potentiometrie, genaue Endpunktsbestimmung 4; Ermittlung des Äquivalenzpunktes und Berechnung des Asymetriekoeffizienten 281
Praktikum, anorganisches Grundpraktikum (Mahr) 370 [L]
Praseodym, Bestimmung 51
Prednisolon, Bestimmung in Gegenwart von Hydroxyzin und anderen Stoffen 392
Procainchlorhydrat, Bestimmung 387
Propionsäureester, Bestimmung 385
n-Propylchloracetatsubstitution, Bestimmung 62
Propylester, Bestimmung im Gemisch mit Methylestern der p-Hydroxybenzoesäure 388
Proscillaridin A, Wertbestimmung 152
Protactinium, Chromatographie von vierwertigem Protactinium 445
Proteine, Bestimmung 233; Bedingungen zur Trennung 233; Trennung an Diäthylaminoäthylcellulose 234
Protoberberine, Bestimmung 394
Protopine, Bestimmung 394
Pulmonarluft, Nachweis von Giftgasen nach dem Ableben 398
Pulver, Bestimmung von Phenobarbital 151
Purinalalkaloide, Untersuchung 393
Pyrazin, Identifizierung und Unterscheidung 68
Pyridazin, Identifizierung und Unterscheidung 68
Pyridin, Lösungsmittel zur Hochfrequenztitration schwacher Säuren 282; Nachweis 126; Bestimmung in Alkohol 25
Pyridinthiocyanat, zur Trennung von Nickel(II) und Kupfer(II) 438
1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol, zur Bestimmung von Zirkonium in Aluminium-Magnesiumlegierungen 454
Pyrimidin, Identifizierung und Unterscheidung 68
Pyroesterverbindungen, Bestimmung 292
Pyrophosphat, Bestimmung in Grahamsalz 209
Pyrophosphonate, Bestimmung organischer Fluoride 292
Pyrophosphorsäureester, Bestimmung 292

Qualitative Analyse (Hofmann-Jander) 278 [L]
Quecksilber, Verhalten des Mercaptids gegen verschiedene Mercaptane 186; colorimetrische Bestimmung mit Dithizon 374; Bestimmung kleiner Men-

gen durch Neutronenaktivierung 49; Abtrennung durch Adsorption an Anionenaustauschern 438; Abtrennung von Gallium 95; von Niob und Tantal 117; Bestimmung in Aluminium-Uran-Brennstoffelementen 374; in Selen 132; in organischen Quecksilberverbindungen 58; in Vinylestern 80; Einfluß auf die Silberbestimmung 105; auf die Magnesiumbestimmung 14
Quecksilber(II), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436; Austauschverhalten an Dowex 50W—X8 356; reduktometrische Bestimmung 374
Quecksilber(II)-acetat, Bestimmung neben Phenylquecksilber(II)-acetat 58
Quecksilber(I)-chlorid, zur Goldbestimmung 372
Quecksilbernitrat, für Rücktitrationen in alkalischem Medium 92
Quecksilberverbindungen, Bestimmung von Quecksilber 58
Quercitrin, Bestimmung 296

Radioaktive Verunreinigungen, Nachweis in der Luft 452
Radiographie, Grundlagen der stereoskopischen Mikroradiographie 284
Radium, spektrographische Bestimmung 51
Rauwolfia-Alkaloide, Bestimmung 158
Reagentien, photometrische Bestimmung von Spurenverunreinigungen 123
Reaktionen, Untersuchung qualitativ-analytischer Reaktionen 279
Redoxal, als Redoxindicator bei Titrationen in alkalischem Medium 125
Reduzierbare Substanzen, Bestimmung organischer unlöslicher elektrolytisch reduzierbarer Substanzen durch Coulometrie 439
Regenproben, Untersuchung auf radioaktive Verunreinigungen 452
Reintitan, Bestimmung von Vanadium 301
Resacetophenonoxim, zur Bestimmung von Kupfer 47
Rescinamin, Bestimmung 158, 159
Reserpin, Bestimmung 159
Reserpinhydrochlorid, Bestimmung 158
Resochin, Bestimmung 156
Resorcin, Beziehung zwischen Massenspektrum und Struktur 67; Bestimmung im Abwasser 129
Respropiophenonoxim, zur Bestimmung von Kupfer 47
Retentionstemperatur und Säulenwirkungsgrad, in der Gaschromatographie 120
R_f-Werte, Ermittlung bei der Mehrfachpapierchromatographie 107
Rhenium, Bestimmung in Legierungen 133; Abtrennung von verschiedenen Metallen in Legierungen 133
Rhenium(IV), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436
Rhodanid, siehe Thiocyanat
Rhodium, Abtrennung von Iridium 381
Rhodium(III), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436
Ringofen, zur Spurenanalyse von Schwermetallen in Alkali- und Erdalkalilösungen 123
Röntgenfluorescenzspektrometrie, zur Serienbestimmung von Silber im photographischen Material 435; Anwendung in der Eisenhüttenindustrie 303
Röntgenstrahlenbeugung, analytische Anwendung 280
Röntgenstrahlen-Rayleigh-Streumethode, zur Bestimmung von Uran 445
Rohphosphat, Bestimmung des Phosphatgehaltes 307
Rohr, Verbrennung im leeren Rohr 363
Ronnel, Identifizierung 146
Rubidiumchlorid, Bestimmung von Spuren Kaliumchlorid 460
β-Rückstrahlung, zur Untersuchung von Kohle auf Asche und von Erzen auf Metalle 35
Ruß-Kohlenstoff-Elektrode, Anwendung in der Coulometrie 439
Ruthenium, Tüpfelprobe 451
Ruthenium(III), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436; Bestimmung mit Acetylaceton 451; Bestimmung in Anwesenheit verschiedener Metalle 452
Rutheniumnitrat, thermisches Verhalten 441
Rutheniumoxid, thermisches Verhalten 441
Rutin, Bestimmung 296; chromatographische Abtrennung 389; Bestimmung in Holunderblüten und Buchweizenstielen 296

Saccharose, Nachweis in Weinen, speziell in Dessertweinen 70; Bestimmung in gezuckerter Kondensmilch 383; in Speiseeis 71, 72

Säulenchromatographie, simultane Mehrfach-Säulenchromatographie nach dem „gradient elution"-Prinzip 435; Anwendung in der pharmazeutischen Analyse 384
Säulenwirkungsgrad und Retentionstemperatur, in der Gaschromatographie 120
Säureamide, Tüpfelreaktionen 292
Säure-Basenreaktion, in Lösungsmitteln mit niedriger Dielektrizitätskonstante 281
Säure-Basetitrationen, mit dem Hochfrequenztitrimeter 283
Säuren, hochfrequenztitrimetrische Untersuchung der Lösungsmittel schwacher Säuren 282; photometrische Titration schwacher Säuren in nichtwäßrigem Medium 441; Leitfähigkeitstitration zweiwertiger Säuren in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 124; Bestimmung von organischen und anorganischen Säuren im Filtrat von Tomatenpüree 75; Einfluß auf die Verwendung von Chrom(II)-chloridmaßlösungen 124
Salben, Bestimmung von Fuchsin in fetthaltigen und fettlosen Salben 154
Salpeter, Bestimmung von Nitrat 139
Salpetersäure, Titration von Perchlorsäure in salpetersaurem Medium 171
Salze, Einfluß auf die Verwendung von Chrom(II)-chloridmaßlösungen 124
Salzsäure, zum Lösen von Aluminium 49; Titration von Oxalsäure in salzsaurem Medium 171
Salzschmelzen, Bestimmung von Calcium und Magnesium in hochmanganhaltigen Salzschmelzen 372
Samarium, Bestimmung 51
Samenöl von Trichosanthes anguina, Bestimmung der Fettsäuren 216
Santonox, Bestimmung in Polyäthylen 317
Sarpagin, Bestimmung 158, 159
Sauerkirschen, Bestimmung von Dodecylguanidinacetatrückständen 382
Sauerstoff, Bestimmung im Titanschwamm 302; in Zirkoniumproben 201; im Stahl 458; in organischen Verbindungen 287
Sauerstoffkolbenmethode, zur Verbrennung schwefelhaltiger organischer Substanzen 288
Sauerstoffverbindungen, Untersuchung im Citronenöl 385
Scandium, Bestimmung in Gesteinen 137; in Gesteinen und Meteoriten 141; in Wolframiten 309; Einfluß auf die Manganbestimmung 254
Schlacken, Spektralanalyse von Ferrochrom- und Ferrowolframschlacken 146; Bestimmung von Zink 145; von Carbonat 207
Schmieröle, Bestimmung metallischer Additive 462
Schwefel, Bestimmung von elementarem Schwefel 380; Vollständigkeit der Erfassung bei der Analyse von Hüttenprodukten nach verschiedenen Verbrennungsverfahren 134; Bestimmung in Stahl 134; in organischen Substanzen 60; in Benzin 463; photometrische oder titrimetrische Bestimmung von Gesamtschwefel in biologischem Material 427; Bestimmung der Beimengungen in hochreinem Schwefel 457
Schwefeldioxid, Bestimmung in Gasgemischen 198
Schwefelsäure, Additionsverbindungen mit Azofarbstoffen zur Bestimmung von Oxydantien 320; Bestimmung von Spuren Cu, Pb und Cl 211; von Chlorid 211
Schwefelverbindungen, Sauerstoffkolbenmethode zur Verbrennung von organischen Schwefelverbindungen 288
Schwefelwasserstoff, Ersatz in der qualitativen und quantitativen Analyse durch Mercaptane 184; Nachweis und Bestimmung in der Atmosphäre von Arbeitsräumen 297
Schweflige Säure, Bestimmung in Lebensmitteln 240
Schweinefett, Bestimmung von Nordihydroguajaretsäure und Buthylhydroxyanisol 72, 73
Schwermetalle, Bestimmung in Alkali- und Erdalkalilösungen mit Hilfe des Ringofens 123
Scilla maritima L. var. alba, Wertbestimmung der herzaktiven Glykoside 152
Scillaren A, Wertbestimmung 152
Scillicoelosid, Wertbestimmung 152
Scillicyanosid, Wertbestimmung 152
Scilliglaucosid, Wertbestimmung 152
α-Scintillations-Zähltechnik, mit hoher Zählausbeute und niedriger Nullrate 283
Scopolamin, Bestimmung in Opiumalkaloid-Injektionslösungen 159
Scopoletin, Bestimmung in Pflanzen 211
Secale-Alkaloide, papier- und dünnschichtchromatographische Untersuchung 394

Secale cornutum, Bestimmung der Gesamtalkaloide 395
Sedoheptulosan, papierchromatographische Untersuchung von säurebehandeltem Sedoheptulosan 293
Selen, Nachweis zerstörungsfreier Legierungen und Verbindungen 454; Bestimmung von Verunreinigungen 132
Selendioxid, zur Bestimmung von Hydrazin 447
Seltene Erden, verdrängungschromatographische Analyse 50; chelometrische Titration 375; Trennung von Calcium, Strontium und Barium 443; Abtrennung von Niob und Tantal 117
Semen Sinapis, Bestimmung von Allylsenföl 385
Senfsamen, Bestimmung von Allylsenföl 385
Serin, Bestimmung in Peptid- und Eiweißhydrolysaten 229
Serum, Bestimmung von Kalium 221; von Sulfat 225; von Methanol 399; von Phenylalanin 230; Trennung der Lipoproteine aus menschlichem Serum 234; Bestimmung von Vitamin A in menschlichem Serum 76; von Phosphatase 239
Sialinsäure, Bestimmung in der Cerebrospinalflüssigkeit 237
Silage, Bestimmung von Zucker 218
Silber, flammenphotometrische Emission in Gegenwart organischer Lösungsmittel 414; Verhalten des Mercaptids gegen verschiedene Mercaptane 186; photometrische Bestimmung 98; Bestimmung im Schwefel 457; in Selen 132; röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung in photographischem Material 435; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 52; Bestimmung von Gold neben Silber 48
Silberdithizonat, bei der Bestimmung von Cyanid neben Thiocyanat, Chlorid und Bromid 378
Silicate, Impulsgeneratoren zur Anregung der Spektren 201; Bestimmung der Hauptbestandteile auf verschiedenen Wegen 202; spektrochemische Bestimmung einiger Elemente 137; Bestimmung von Aluminium 140, 322
Silicatmineralien, Bestimmung von Eisen(II) 205
Silicium, zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und Verbindungen 454; Bestimmung in Messing 298; im Stahl 304; in Silicaten 202; Einfluß auf die Borbestimmung 333; Bestimmung von Bor 198, 301
Siliconfett, Verwendung in der Gaschromatographie 435
Silicongummi, Verwendung in der Gaschromatographie 435
Sirup, Bestimmung von Äpfelsäure in Ahornsirup 383
Smaltine, Bestimmung verschiedener Stoffe 308
Softenon, Bestimmung in Blut und nichtbiologischen Flüssigkeiten 236
Solochromschwarz P.V., Reagens in der Chelatometrie 11
Somogyi-Reagens, Bestimmung von Zucker 218
Sorbinsäure, Bestimmung in Lebensmitteln 240
SPADNS, zur Bestimmung von Thorium 376
Spartein, R_f-Wert 393; Bestimmung neben anderen Alkaloiden in Tabletten 394
Speiseeis, schnelle Saccharosebestimmung 71
Spektralanalyse, Korrekturformel zur Berücksichtigung des Matrixeffektes spektrochemischer Analysen 434; Problem der Beeinflussung der Linienintensität durch Unterschiede in der chemischen Bindung 161; Reproduzierbarkeit lösungsspektralanalytischr Untersuchungen 280; Einfluß dritter Komponenten auf die spektrographische Analyse von Messing 298; Verwendung der Kupferfunkenmethode zur Bestimmung von Aktinium und Radium 51
Spektralphotometrische komplexometrische Titrationen, Endpunktsindizierung und automatische Steuerung 451
Spektrometer B3C, Anwendung in der Stahlanalyse 304
Sphalerit, Bestimmung von Indium 142
Sprit, Bestimmung des Methanolgehaltes 71
Spuren, Bestimmung durch Aktivierungsanalyse mit schnellen Neutronen 283
Spurenanalyse, Photometrische Bestimmung von Verunreinigungen der Reagentien 123
Stärke, Zonenelektrophorese in Stärke 280
Stahl, spektrometrische Analyse 304; spektrochemische Analyse von Werkzeugstählen 303; Neutronenaktivie-

rungsanalyse zur Untersuchung 133; Bestimmung von Bor 49, 198, 304, 327, 333; Einfluß von Legierungselementen auf die Borbestimmung 332; Bestimmung von Titan 134; von Vanadium mit Redoxal 125; von Niob und Tantal 305; von Sauerstoff und Wasserstoff 458; von Schwefel 134; von Kobalt in nichtrostendem Stahl 135
Standardisierung, in der chemischen Analyse 279
Statistik, in der Analytischen Chemie 81
Staubproben, Untersuchung auf radioaktive Verunreinigungen 452
Stearinsäure, Bestimmung in Alkydharzen 318; in Samenöl 216
Steinsalz, Bestimmung verschiedener Elemente 138
Steroide, Bestimmung von acetaldehydogenen Steroiden in lipophilem Harnextrakt 238
Stickstoff, Bestimmung im Titanschwamm 302; in organischen Substanzen 59; in Acrylnitril-Polymeren 464
Stickstoffdioxid, Analyse in Gasgemischen 197
Stickstoffoxychlorid, Analyse in Gasgemischen 197
Stickstoffwasserstoffsäure, Bestimmung kleiner Konzentrationen auch neben Eisen(III) 447
Stoffwechseluntersuchung, Bestimmung der niederen Fettsäuren 64
γ-Strahler, Identifizierung durch Halbwertszeit und γ-Energie 124
Strontium, flammenphotometrische Emission in Gegenwart organischer Lösungsmittel 416; chromatographische Abtrennung von Caesium an imprägniertem Papier 442; Trennung von Calcium durch selektive Fällung von $SrSO_4$ 443; von Calcium und Barium sowie von den Seltenen Erden 443; Abtrennung von Blei(II)-ionen 51; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Manganbestimmung 254
Strontium-90, Bestimmung in verschiedenen Materialien 444
Strontiumnitrat, thermisches Verhalten 441
Strontiumoxid, thermisches Verhalten 441
Strospesid, Farbreaktion 393
Struktur, Beziehung zwischen Massenspektren und Struktur aromatischer Alkohole und Phenole 67
Strychnin, R_f-Wert 393; Bestimmung in Brechnußpräparaten 393; neben Brucin in Brechnußpräparaten 387
Strychninchlorhydrat, Bestimmung 387
Substanzen, elektrophoretische Trennung von Substanzen mit wenig verschiedener Beweglichkeit 126
Süßwaren, Extraktion der Farbstoffe mit quartären Ammoniumbasen 383
Sulfat, Bestimmung in Bodenextrakten 312; in Serum, Plasma und Urin 225
Sulfit, Titration 283
Sulfochlorierung von Kohlenwasserstoffen, Analyse der entstehenden Gasgemische 198
Sulfonamide, Bestimmung 157; Bestimmung kleiner Mengen mit Ionenaustauscherpapier 389; Bestimmung von diuretischen Sulfonamiden 154
(Sulfo-4-naphthylazo)-2-dihydroxy-1,8-nitroso-2′-naphthalindisulfonsäure-3,6, Indicator bei der komplexometrischen Zirkoniumbestimmung 51
2-(p-Sulfophenylazo)-1,8-dihydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure, zur Bestimmung von Thorium 376
Superacidität, Untersuchung von Chinin-Barbiturat-Tabletten auf Atropin 393
Superphosphat, Bestimmung des löslichen Phosphats 307
Sympathicomimetica, Trennung durch Craig-Verteilung 392
Systox, Identifizierung 146

Tabletten, Bestimmung von Phenobarbital 151; von Acetylsalicylsäure neben Acetyl-p-Aminophenol 388; von Phenacetin 152, 387; Prüfung auf Digitoxin 390; Nachweis von Atropin neben Chinin und Barbituraten 393; Bestimmung von Spartein neben anderen Alkaloiden 394
Tantal, Bestimmung mit Chinaldinhydroxamsäure 115; Abtrennung von verschiedenen Elementen 117; von Wolfram im Stahl 305; Bestimmung im Stahl 305; in Niobo-Tantaliten 143; Bestimmung von Titan neben Tantal 380
Technetium(IV), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436
Tellur, Bestimmung in Legierungen für thermoelektrisches Material 131; in Selen 132
Tellur(IV), Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436

Tellur(VI)-verbindungen, Bildung und Stabilität 53
Terbium, Bestimmung 51
Terpene, gaschromatographische Trennung und Bestimmung 296
Terpenkörper, Trennung und Bestimmung 296
γ-Terpinen, Bestimmung im Citronenöl 149, 385
Tetraäthylthiuramdisulfid, zur Bestimmung von Fettsäuren in biologischem Material 226
Tetrachlorkohlenstoff, Bestimmung von Dichloräthylen 213
Tetrafluoroborsäure, Bestimmung von Blei 211
Tetrahydrogeraniol, Bestimmung im Citronenöl 149
Tetraphenylarsoniumpermanganat, zur Extraktion von Manganaktivitäten 448
Tetraphenyloborat, zur Bestimmung von Alkaloiden 157
Textilien, Bestimmung von Dichlorophen 320
Thalidomid, Bestimmung in Blut und nichtbiologischen Flüssigkeiten 236
Thallium, Nachweis mit Jodionen 279; Trennung von Gallium und Antimon 460; Bestimmung von Spuren in Wein 69; in Gesteinen 459; von Spuren in menschlichen Haaren 223; Einfluß auf die Silberbestimmung 105; auf die Magnesiumbestimmung 14; Bestimmung von Zinn neben Thallium 455
Thebain, Bestimmung 158
Theobromin, Nachweis 393
Theophyllin, Nachweis 393
Thermoelektrisches Material, Analyse 131
Thiobarbitursäure, Verwendung zur Tüpfelreaktion auf organische Verbindungen 291
Thiocyanat, zum Nachweis von kleinen Mengen Eisen durch Anreicherung 449; zur Bestimmung von dreiwertigem Eisen 56; zur Trennung von Eisen(III), Kobalt(II) und Zink(II) 438; Nachweis 126; Bestimmung von Cyanid neben Thiocyanat 378
Thiodan, Bestimmung neben Endrin in schwarzen Johannisbeeren 147
Thioharnstoff, Bestimmung in den Schalen von Citrusfrüchten 383; Einfluß auf das papierchromatographische Verhalten einiger Metalle 436
Thiole, titrimetrische Bestimmung von aliphatischen Thiolen 290
Thio-Michlers Keton, Verwendung zur Tüpfelreaktion auf organische Verbindung 291
Thiopental, Bestimmung in Blut und Plasma 227
Thorium, Indicatoren zur ÄDTA-Titration 376; Bestimmung mit SPADNS 376; Abtrennung von Niob und Tantal 117; Bestimmung mit Hilfe der Kernplattenmethode in verschiedenen Stoffen 444; Bestimmung in Erzen durch Gammastrahlenspektren 141; neben Uran in Erzproben 377; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 52; Bestimmung von Eisen neben Thorium 56
Thorium(IV), Abtrennung von Blei(II)-ionen 51
Thoriumoxide, Bestimmung von Molybdän in uranhaltigen Thoriumoxiden 207
Threonin, Bestimmung in Eiweiß- und Peptidhydrolysaten 229
Thymol, gaschromatographische Abtrennung mit Wasserdampf als beweglicher Phase 122
Tiron, Beeinflussung der Reaktion mit Wasserstoffperoxid beim Nachweis von Kobalt 450
Tiron-2,7-Dihydroxynaphthalin, Beeinflussung der Reaktion mit Wasserstoffperoxid zum Nachweis von Kobalt 450
Titan, Bestimmung neben Niob und Tantal 380; Abtrennung von Rhenium in Legierungen 133; zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und Verbindungen 454; Bestimmung im Stahl 134; in Silicaten 202, 203; neben Eisen in Ilmenit 205; im Steinsalz 138; im Pigmentfarbstoff „Eisenoxidrot" 309; Bestimmung von Vanadium in Reintitan 301; von Ruthenium(III) neben Titan 452
Titan(IV), Bestimmung durch oscillographische Polarographie 439
Titanaluminat, Nachweis von Nadeln von $TiAl_3$ in Aluminium-Titan-Gußlegierungen 284
Titan-Aluminium-Gußlegierungen, Bestimmung von $TiAl_3$ 284
Titanschwamm, Bestimmung von Stickstoff und Sauerstoff 302
Titrationen, Redoxindicator bei der Titration in alkalischem Medium 125
Titrationen in nichtwäßrigen Medien (Kucharský-Šafařík) 119 [L]
Tod, Nachweis von Giftgasen in Pulmonarluft 398

Toluhydrochinon, Bestimmung 294
Toluidinisomere, Abtrennung 294
p-Toluolsulfonamid, potentiometrische Titration 154
Tomatenpüree, Bestimmung von organischen und anorganischen Säuren 75
Toxicität, Bestimmung von wachstumshemmenden Farbanstrichen 148
Toxikologie, Anwendung in der Lebensmitteltechnologie 240; Bestimmung von Blausäure nach der Seifertschen Testfleckenmethode 240; Identifizierung von Barbitursäurederivaten 400
Transistorenteile, Bestimmung von Gold in vergoldeten Transistorenteilen 372
Trennzeit-Auflösungs-Verhältnis, in der Gasverteilungschromatographie 119
Trichosanthes anguina, Bestimmung der Zusammensetzung der Fettsäuren des Samenöles 216
2,2′,4′-Trihydroxyazobenzol-5-sulfonsäure, Reaktion mit Zirkonium 380
Triisopropylbenzol, massenspektrometrische Meßwerte 440
2,4,5-Trimethylbenzylalkohol, Beziehung zwischen Massenspektrum und Struktur 67
N-Trimethyl-silyl-aminosäuretrimethylsilylester, bei der Trennung von Aminosäuren 228
Trinatriumphosphat, Bestimmung von Phosphat 307
Triphenyl-2,3,5-tetrazoliumchlorid, zum Nachweis schwefelhaltiger anionischer Detergentien 319
Triphenylzinn, Bestimmung auf Pflanzen 79
Triphosphat, Bestimmung in Grahamsalz 209
Trithion, Identifizierung 146
Tritium, Bestimmung von tritiumhaltigem Wasser in biologischem Material 221
Tritiumoxid, bei der Bestimmung des Gesamtkörperwassers 397
Tritiumradioaktivität, Bestimmung in biologischem Material 397
Trockensubstanz, Bestimmung der fettfreien Trockensubstanz in Milch 75
DNP-Tryptamin, Bestimmung 290
Tryptophan, Bestimmung 229
Tulium, Bestimmung 51

n-Undecanal, Bestimmung im Citronenöl 149, 385
Uran, spektralphotometrische Bestimmung 376; Bestimmung durch oscillographische Polarographie 439; Abtrennung von Niob und Tantal 117; von Fe, Cr, Al, Mg, Zn, Ni und Cd 377; Rückgewinnung aus Edelstahl-Urandioxid-Brennstoffelementen 137; Bestimmung im Meerwasser 127, 453; in Uran-Plutonium-Spaltelement-Legierungen 300; in Zirkonium und Hafnium 200; in Erzen durch Gammastrahlenspektren 141; neben Thorium in Erzproben 377; Bestimmung in Zirkoniumerzen 456; in Mineralien und Extraktionsrückständen 376; in Erzen und Aufschlußlösungen 378; in Nitratlösungen 445; Einfluß auf die Molybdänbestimmung in Thoriumoxiden 207; Bestimmung von kleinen Mengen Plutonium 445; von Eisen neben Uran 56
Uran-Aluminium-Brennstoffelemente, Bestimmung von Quecksilber 374
Urandioxid-Edelstahl-Brennstoffelemente, Rückgewinnung des Urans 137
Uranerze, Bestimmung von Uran in Gegenwart anderer Elemente 377
Uran-Plutonium-Spaltelement-Legierungen, Bestimmung von Uran und Plutonium 300
Uranspaltprodukte, Bestimmung von Plutonium 299
Urin, Bestimmung von Cyanamid 312; von Sulfat 225; siehe auch Harn
Uronsäuren, Bestimmung durch Glasfaserpapierchromatographie 65

n-Valeriansäureester, Bestimmung 385
Vanadat, Abtrennung von Niob und Tantal 117
Vanadium, zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und Verbindungen 454; Abtrennung von Rhenium in Legierungen 133; Bestimmung in Reintitan 301; im Stahl 304; in Gesteinen 137; in Gesteinen und Meteoriten 142; in Erdölen 313; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Borbestimmung 333; Bestimmung von Ruthenium(III) neben Vanadium 452
Vanadium(IV), chelatometrische Bestimmung 285; Titration mit Kaliumhexacyanoferrat(III)-lösung 125
Vanadium(V), Bestimmung mit Pikraminsäure 353
Vanadiumhydroxychinolat, zur photometrischen Bestimmung kleiner Mengen Alkohol 63
Vanadiumkontaktmassen, Analyse 310

Vanadium-Molybdän-Reagenslösung, zur Bestimmung von metallischen Additiven in Schmierölen 463
5-Vanillin-2-thiohydantoin, zur Bestimmung von Cer(IV) 375
Verbindungen, zerstörungsfreie Analyse 454
Verbrennung im leeren Rohr, bei der C-H-Analyse 363
Veritolsulfat, Abtrennung von Ephedrinhydrochlorid 392
Verodoxin, Farbreaktion 393
Viehfutter, Bestimmung von Furazolidon und Nitrofurazon 68
Vinylester, Bestimmung von Quecksilber 80
Vitamin A, Bestimmung in verschiedenen Produkten 76; in pharmazeutischen Präparaten 77
Vitamin B, Bestimmung in Milch 77
Vitamin B_1, Bestimmung in Lebensmitteln 77; von Mercaptoaneurin, einem Zwischenprodukt der Synthese 156
Vitamin E, Bestimmung in Lebensmitteln 78
Vollblut, Bestimmung von Magnesium 221
Voltammetrie, Verwendung der Graphitelektrode 438; Elektroden aus Graphitpaste für anodische Voltammetrie 126

Wärmeleitfähigkeitsdetektor, für die Gaschromatographie mit besonders niedrigem Geräuschpegel 435
Wasser, Verwendung von Wasserdampf als bewegliche Phase in der Gaschromatographie 121; Auftreten bei der Tüpfeluntersuchung von organischen Verbindungen 291; Bestimmung in gefriergetrockneten Substanzen 397; von Gesamtwasser in silicatischen Gesteinen und Mineralien 203; dielektrische Bestimmung des Restwassers in verschiedenen Düngemitteln 349; Bestimmung in 1,1-Dimethylhydrazin, Diäthylentriamin und ihren Gemischen 463; in Plastikmaterial 316; von tritiertem Wasser in biologischem Material 221; des Gesamtkörperwassers 397; Bestimmung von Ca und Mg 204; von Bor in Meerwasser 198; vergleichende Untersuchungen zur Bestimmung von Aluminiumionen 401; Bestimmung von Uran in Meerwasser 127, 453; zweiwertiger Phenole in Abwässern 129
Wasserstoff, Bestimmung im Stahl 458; Verbrennung in der Elementaranalyse 363; gaschromatographische Bestimmung in organischen Substanzen 285, 286; Bestimmung in fluorhaltigen Verbindungen 286
Wasserstoff-Kohlenstoff-Analyse, Kenntnis der Vorgänge bei der Wasserstoff-Kohlenstoff-Analyse 363
Wasserstoffperoxid, Beeinflussung der Reaktion mit Tiron bzw. Tiron-2,7-Dihydroxynaphthalin zum Nachweis von Kobalt 450; Bildung und Bestimmung in Alkoholen 284
Wechselstrompolarographie, Erhöhung der Nachweisgrenze bei der Wechselstrompolarographie an festen Elektroden 282
Weichblei, Bestimmung von Zinn 455
Wein, Bestimmung von Thalliumspuren 69; von Eisen 69; Nachweis von Saccharose 70; von Detergentien 319
Weinsäure, Titration 283
Werkzeugstähle, spektrochemische Analyse 303
Wilmington-Petroleum, Bestimmung von Carbazol und seinen Homologen 213
Wismut, Verhalten des Mercaptids gegen verschiedene Reagentien 187; Einfluß von Thioharnstoff auf das papierchromatographische Verhalten 436; Abtrennung von kleinen Cadmiummengen 448; von Niob und Tantal 117; Bestimmung in Legierungen für thermoelektrisches Material 131; in Selen 132; in Ferrolegierungen und Chrom 306; in Arzneistoffen 384; Einfluß auf die Silberbestimmung 105; auf die Magnesiumbestimmung 14
Wismut(III), Abtrennung von Blei(II)-ionen 51
Wismutisotope, Bestimmung radioaktiver Wismutisotope in Grubenluft 452
Wismutnitratlösung, zur Titration von Alkalicyanoferraten 450
Wismuttellurid, Analyse 131
Withania somnifera, Bestimmung der Alkaloide 396
Wolfram, zerstörungsfreier Nachweis in Legierungen und Verbindungen 454; Bestimmung in Schlacken 146; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14; auf die Borbestimmung 333; auf die Zirkoniumbestimmung in Nioblegierungen 456; auf die Niob-

und Tantalbestimmung im Stahl 305; Bestimmung von Arsenspuren 132
Wolframat, Abtrennung von Niob und Tantal 117
Wolframite, Bestimmung von Scandium 309
Wolframverbindungen, Bestimmung von Arsenspuren 132
Wolle, Bestimmung des Cystingehaltes 195

Xylenolorange, als Indicator für die komplexometrische Titration von Zirkonium 446
Xylylalkohole, Beziehung zwischen Massenspektren und Struktur 67

Yohimbin, Bestimmung 159
Ytterbium, Bestimmung 51
Yttrium, Bestimmung 51; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14

Zäpfchen, Nachweis von Alkaloiden 393
Zimtaldehyd, Bestimmung mit Bromchlor als Maßlösung 64
Zink, lösungsspektralanalytische Untersuchung 280; chelatometrische Bestimmung 285; Bestimmung mit Natrium-Barium-ÄDTA 373; Abtrennung durch Adsorption an Anionenaustauschern 438; Abtrennung von Cadmium durch Ionenaustauscher 438; von Indium 97; von Niob und Tantal 117; Bestimmung in Messing 298; in metallischem Indium 198; in Indium und Nickel 198; in Antimon 130; in Ferrolegierungen und Chrom 306; in Erzen 140; in Schlakken 145; in Lösungen für die Phosphatierung 210; in Pflanzen 461; in Schmierölen 462; Einfluß auf die Silberbestimmung 105; auf die Magnesiumbestimmung 14; Bestimmung von Uran neben Zink 377
Zink(II), Abtrennung 438
Zinkhexacyanoferrat(II), zum Nachweis kleiner Mengen Eisen 449
Zinkionen, Adsorption an Filterpapier 436
Zink-Zinn-Verbindung, Bestimmung der Kornstruktur 284
Zinn, Abtrennung durch Extraktion des Zinn(IV)-jodids mit Benzol 446; Abtrennung von Niob und Tantal 117; Bestimmung in Messing 298; neben verschiedenen Metallen und in Blei 455; Bestimmung in Pb-Sn-Legierungsloten 200; Bestimmung in Schwefel 457; in Selen 132; in Ferrolegierungen und Chrom 306; Bestimmung in Gesteinen 137; in Zinndioxid 208; in glycerinhaltigen Bädern 311; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 52
Zinn-Aluminium-Verbindung, Bestimmung der Kornstruktur 284
Zinn-Blei-Legierungslote, Bestimmung von Blei und Zinn 200
Zinndioxid, Bestimmung von Zinn 208
Zinn(IV)-jodid, Extraktion zur Abtrennung von Zinn 446
Zinn-Zink-Verbindung, Bestimmung der Kornstruktur 284
Zirkonium, spektralphotometrische Untersuchung des Komplexes mit 2-(3,6-Disulfo-8-hydroxynaphthylazo)-1,8-dihydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure 177; Reaktion mit 2,2′,4′-Trihydroxyazobenzol-5-sulfonsäure 380; Extraktion aus salpeter- und schwefelsauren Lösungen 52; Bestimmung mit Benzoylphenylhydroxylamin 51; Xylenolorange als Metallindicator bei der komplexometrischen Bestimmung 446; komplexometrische Titration 51; Abtrennung von Hafnium 438; Bestimmung in Aluminium-Magnesiumlegierungen 454; in Nioblegierungen 456; in Emaillen und anderen keramischen Produkten 144; in binären Gemischen von Zirkonium- und Hafniumoxid 209; Einfluß auf die Magnesiumbestimmung 14; Bestimmung von Uran 200; von Sauerstoff in Zirkoniumproben 201
Zirkonium(IV), Abtrennung von Blei-(II)-ionen 51
Zirkoniumchlorid, Lösung zur Bestimmung von Fluor in Berylliummetall 299
Zirkoniumdioxid, Bestimmung von Alkalimetallen und Halogeniden 208
Zirkoniumerze, Bestimmung von Uran 456
Zirkoniummolybdat, zur Imprägnierung von Papier für die Trennung von Alkali- und Erdalkalimetallen 442
Zirkoniumnitrat, thermisches Verhalten 441
Zirkoniumoxid, thermisches Verhalten 441
Zirkoniumphosphat, zur Imprägnierung von Papieren für die chromatographische Trennung von Alkali- und Erdalkalimetallen 442

Zonenelektrophorese, Prüfung einer Vorrichtung auf die besten Arbeitsbedingungen 280
Zucker, colorimetrische Bestimmung reduzierender Zucker mit 3,6-Dinitrophthalsäure 66; Bestimmung reduzierender Zucker durch Glasfaserpapierchromatographie 65; Bestimmung in Eiscreme 71; in Holzcellulosehydrolysaten 315; in Silage und Futtermitteln mit Somogyi-Reagens 218
Zuckerphosphate, Bestimmung in Gewebsextrakten 235